Agilent 240 イオン トラップ GC/MS

ハードウェア操作 マニュアル

Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2011

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデー タの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

マニュアル番号

G3931-96001

エディション

第 1 版、2011 年 5 月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.
3501 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051 USA

保証

このマニュアルに記載されている内容は、「現時点」の状況を前提としており、以後の改訂版では事前の通知なしに変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

テクノロジライセンス

本書で言及されているハードウェア/ソフトウェアはライセンスに基づいて供与されるものであり、かかるライセンスの条項に従った使用または複製しか許可されません。

制限付き権利について

米国政府の制限付き権利。連邦政府に付与されるソフトウェア / テクニカルデータ権利には、エンドユーザー顧客に通例提供される権利しか含まれません。Agilent は、FAR 12.211（テクニカルデータ）と 12.212（コンピュータソフトウェア）、および国防総省の DFARS 252.227-7015（テクニカルデータ - 商用アイテム）と DFARS 227.7202-3（商用コンピュータソフトウェアまたはコンピュータソフトウェアドキュメンテーションにおける権利）に従って、ソフトウェアおよびテクニカルデータの通例の商用ライセンスを提供します。

安全にご使用いただくために

注意

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品の破損や重要なデータの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**注意**を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、注意を無視して先に進んではなりません。

本マニュアルについて

本マニュアルでは、Agilent 7890 ガスクロマトグラフで使用する Agilent 240 イオントラップ GC/MS のハードウェアについて説明します。

1 はじめに

質量分析計（MS）の機能について説明し、機器サブシステムの詳細と安全上の注意事項を示します。

2 GC カラムの取り付け

キャピラリカラムの MS での使用準備、GC オーブンへの取り付け、イオントラップ GC 加熱インタフェース内の配管、および MS トランスファラインへの接続の方法について説明します。

3 MS メンテナンス手順

温度設定、圧力モニタ、チューニング、ベントおよび真空排気などの基本的な作業について説明します。

4 クリーニング手順

アナライザ内部の部品の洗浄手順を記します。

5 化学イオン化オプション

各 CI モードの概要と、CI に使用する液体およびガス供給源の取り付け方法を説明します。また、試薬ガス流量の調節方法も説明します。

6 ロータリーベインポンプの メンテナンス

オイルシールドフォアラインポンプの正常動作を維持する方法を示します。

7 ドライスクロールポンプの 日常メンテナンス

ドライスクロールフォアラインポンプの正常動作を維持する方法を示します。

8 トラブルシューティング

GC および MS の動作上の問題の症状と修正作業について説明します。

9 部品と消耗品

必要な可能性がある部品と消耗品の一覧を示します。

ヘルプ情報

Agilent では本マニュアルの他に、200 GC/MS の取り付け、操作、メンテナンス、およびトラブルシューティングの方法について文書化した複数のラーニングプロダクトを提供しています。これらの情報は、機器に同梱されている『Agilent Technologies GC and GC/MS Hardware User Information & Utilities』DVD に収録されています。

機器に同梱されている『Agilent Technologies GC and GC/MS Hardware User Information & Utilities』DVD では、現在の Agilent ガスクロマトグラフ、質量選択検出器、イオントラップ、および GC サンプラに関する幅広いオンラインヘルプ、ビデオ、および書籍がご利用いただけます。ここには、次のような、もっとも必要な情報のローカライズ版が含まれています。

- 初心者向けマニュアル
- 安全および規制に関するガイド
- 設置準備チェックリスト
- 据付に関する情報
- 操作ガイド
- メンテナンス情報
- トラブルシューティング詳細

目次

1 はじめに 13

一般的な説明 14

トランスファライン 18

アナライザ 21

- 内部イオン化 21
- 外部イオン化 23
- ハイブリッドイオン化 26
- イオントラップ 27

検出器 30

真空システム 32

- 真空マニフォールド 32
- フォアラインポンプ 32
- ターボ分子真空ポンプ 33
- イオンゲージ 34
- 熱電対ゲージ 34

ニューマティック 35

- ヘリウムダンピングガス流 36
- キャリブレーションガスフロー 37
- CI 試薬ガスフロー 37

電子機器 38

- コントローラ 39
- 電源ボード 40
- マニフォールド電子部品 41
- RF 発生器アセンブリ 43
- イオン検出ボード 43

イオン増幅器 44
電子流量制御 44
電源入力サブシステム 44
主電源回路 45
安全にお使いいただくために 46
安全および規制に関する認証 49
製品のクリーニング / リサイクル 52
液体の流入 52
MS の移設と保管 52

2 GC カラムの取り付け 53

カラム 54
キャピラリカラムの取り外し 55
MS マニフォールドラインを真空マニフォールドから引き抜くには 56
キャピラリカラムを GC 注入口から取り外すには 57
キャピラリカラムの取り付け準備 58
スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け 60
キャピラリカラムのコンディショニング 62
キャピラリカラムの取り付け 63
カラムを MS トランスファラインに取り付けるには 65

3 MS メンテナンス手順 67

一般的な推奨事項 68
工具と材料 69
MS をオフにする 70
窒素パージの使用 73

MS を GC から離す 77
MS トランスファラインの退避 78
MS トランスファラインのバヨネットマウントからの取り外し 80
アナライザアセンブリの取り外し 81
イオン源とトラップアセンブリの取り外し 83
イオン源とトラップアセンブリの取り付け 85
アナライザアセンブリの取り付け 90
GC に対して正しい位置に MS を移動する 94
MS トランスファラインをバヨネットマウントに取り付けるには 94
MS を GC に向かって移動するには 95
MS をオンにする 96
真空状態の確認 98
MS の焼き出し 100
イオントラップの動作チェック 100
外部イオン源フィラメントの交換 101
フィラメントアセンブリの取り外し 102
新しいフィラメントアセンブリの取り付け 103
フィラメントのコンディショニング 104
内部イオン源フィラメントの交換 105
古いフィラメントアセンブリの取り外し 105
新しいフィラメントアセンブリの取り付け 106
電子増倍管（EM）の交換 108
新しい EM の取り付け 111
ダンピングガスゲッターの交換 112
ターボ分子ポンプの交換 112
キャリブレーション用ガスバイアルの充填 113

イオン化モードの変更 115
内部モードから外部モードへの変更 117
外部モードから内部モードへの変更 118
内部モードからハイブリッドモードへの変更 118
外部モードからハイブリッドモードへの変更 119
ハイブリッドモードから外部モードへの変更 120
ハイブリッドモードから内部モードへの変更 120
外部イオン源と内部イオン源の切り替え 122
内部イオン化用の MS トランスファラインの設定 123
外部イオン化用の MS トランスファラインの設定 127
ハイブリッドプラグの取り付けと取り外し 130

4 クリーニング手順 131

外部イオン源のクリーニング 132
イオン源ホルダの取り外し 132
レンズの取り外し 133
レンズのクリーニング 134
イオン化室の取り外し 135
EI または CI イオン化室のクリーニング 137
CI イオン化室の組み立て 139
フィラメントと外部イオン源ブロックのクリーニング 139
フィラメントの取り外し 140
イオン源ブロックのクリーニング 141
フィラメントのクリーニング 141
フィラメントの取り付け 143
外部イオン源の組み立て 145
イオン化室の取り付け 145
レンズの取り付け 147
内部イオン源のクリーニング 150
内部イオン源の取り外し 150
ゲートのクリーニング 152

内部イオン源ベースのクリーニング 153
内部イオン源の組み立て 154
イオントラップコンポーネントのクリーニング 156
イオントラップの分解 157
シリカコーティング電極のクリーニング 158
クォーツスペーサのクリーニング 158
イオントラップの組み立て 159

5 化学イオン化オプション 167

はじめに 168
内部 CI 168
外部 CI 169
ハイブリッド CI 169
CI 試薬ガスの取り付け 170
CI 試薬ガスの必要事項 170
CI 試薬ガス配管の設定 171
試薬ガス配管のリーク検査 175
内部モードでの CI 試薬流量の設定 177
CI 内部モードのパラメータ 177
CI 試薬の外部モードのデフォルトパラメータ 178
標準的な CI 試薬のイオン強度 179
外部モードでの CI 試薬流量の設定 180
ハイブリッドモードでの CI 試薬流量の設定 180
液体 CI インレットオプション 180
ガス CI 試薬から液体 CI 試薬への切り替え 181
リザーバーバルブ（液体 CI 試薬容器）の充填 182
液体 CI 試薬からガス CI 試薬への切り替え 183

6 ロータリーベインポンプのメンテナンス 185

メンテナンススケジュール 186

オイルレベルの確認 186

フォアラインポンプオイルの交換 186

準備するもの 186

オイル交換の準備 187

オイルの交換 188

ポンプオイルのフラッシング 189

オイルミストカートリッジの交換 190

7 ドライスクロールポンプの日常メンテナンス 193

メンテナンススケジュール 194

ポンプのパージ 194

チップシールの交換 194

消耗したチップシールの取り外し 195

新しいシールと O- リングの取り付け 197

ポンプのテスト 197

8 トラブルシューティング 199

GC/MS の問題の切り分け 200

データシステムの確認 200

GC の確認 200

MS の確認 201

スペクトルのトラブルシューティング 202

スペクトルが表示されない 202

高質量での高いベースラインのトラブルシューティング 204

冷却ファンの確認 205

リークの確認 206
リーク確認の準備 206
システムの診断 207
大きいエアリークの修理 208
小さいエアリークの修理 208
GC 接続の確認 209
リーク検出ガスによるエアリークのトラブルシューティング 209
高い水レベルの改善 211
カラムテスト混合物を使用したトラブルシューティング 212
カラムテスト混合物 212
COLTEST 混合物のメソッドパラメータ 213
クロマトグラフの問題のトラブルシューティング 213

9 部品と消耗品 219

電子機器 220
ニューマティック 220
トップフランジに取り付けるアナライザ 221
マニフォールドに取り付けるアナライザ 223
化学イオン化 223
真空 224
O- リング 224
その他 225
標準およびテストサンプル 227
Agilent サービス 228

目次

1 はじめに

一般的な説明 14
トランスファライン 18
アナライザ 21
検出器 30
真空システム 32
ニューマティック 35
電子機器 38
安全にお使いいただくために 46
安全および規制に関する認証 49
製品のクリーニング / リサイクル 52
液体の流入 52
MS の移設と保管 52

一般的な説明

この章では、Agilent 240 GC/MS イオントラップ質量分析計のハードウェア情報を記述します。

図 1 240 GC/MS イオントラップ質量分析計と、7890 GC および 7693 オート サンプラの組み合わせ

質量分析計（MS）は、真空マニフォールドに収納されており、その周りを電子部品が囲んでいます。電子部品は、アナライザの動作を制御し、データを取り込みます。主な機能領域としては、イオン源、イオントラップ、検出器（図 2 および図 3）があります。

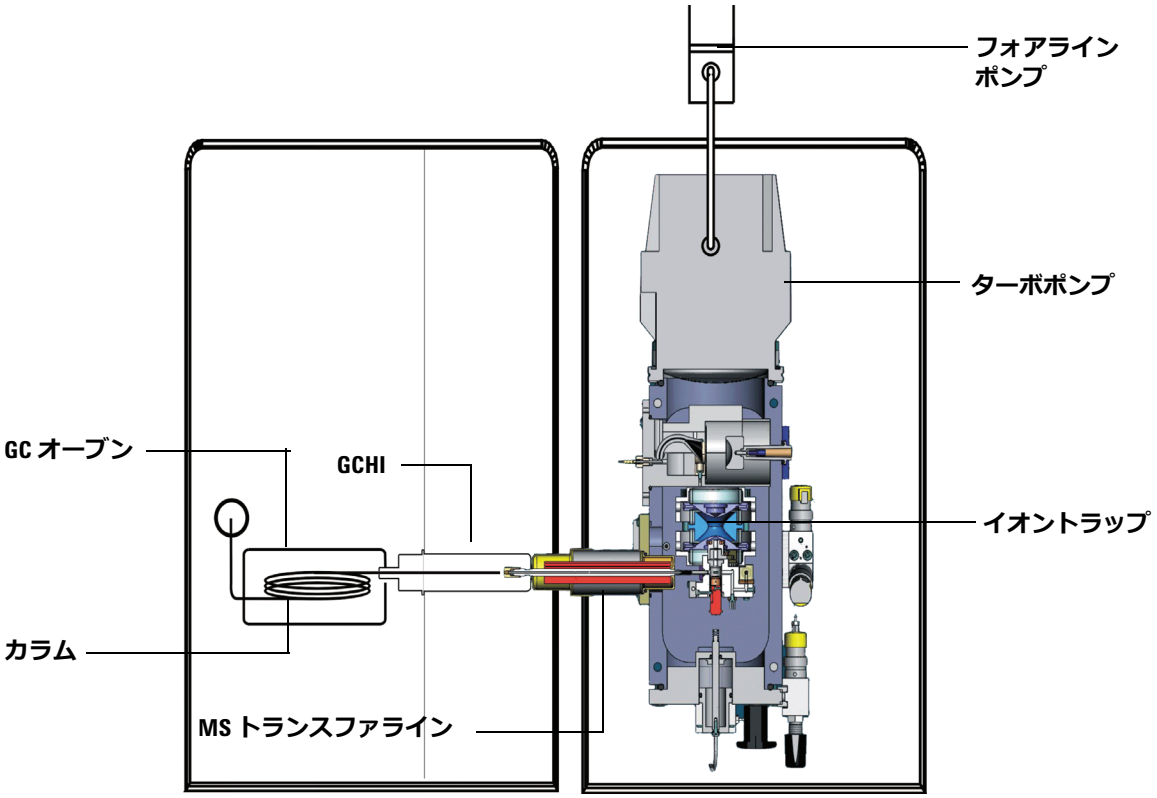


図 2　機器の主な部分

GC に注入されたサンプルは気化され、ガスが GC オーブン内のカラムを通る間に、サンプルが成分に分離されます。カラムは GC 加熱インタフェース（GCHI）を大気圧で通過し、質量分析計の一部である MS トランスファラインを通じて、真空状態で MS に入ります。サンプルの凝縮を避けるため、ラインは加熱されています。

サンプル成分は MS トランスファラインから外部イオン源に入ってイオン化されるか、イオントラップに直接入ってイオン化されます。イオン化の後、イオンはイオントラップに蓄積され、分析のために系統的に排出されます。排出されたイオンは、検出器（コンバージョンダイノードと電子増倍管より構成）によって記録されます。

真空マニフォールドでは、ターボ（ターボ分子）ポンプとフォアラインポンプによって必要な真空が作られます。種々のニューマティック装置によって、必要なガスが真空マニフォールド内に導入されます。マニフォールド内とフォアライン内の真空レベルは、それぞれイオンゲージと熱電対ゲージによって測定されます。

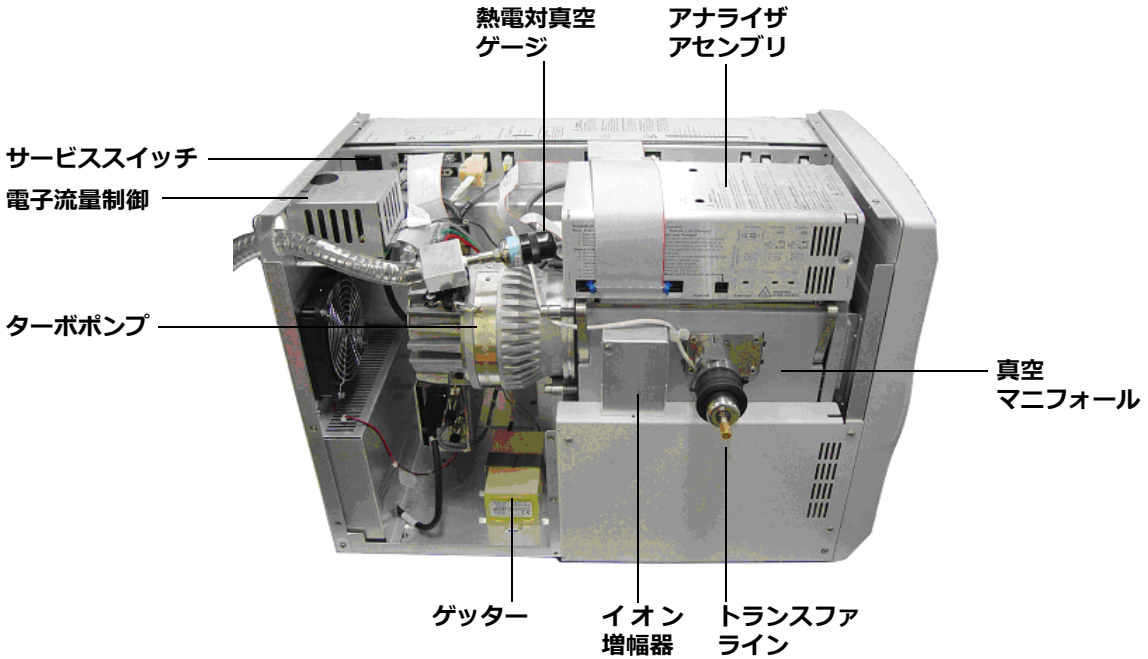


図 3 機器の主な部分 2

真空マニフォールドは RF コイルアセンブリの上にあります。RF 発生およびイオン検出のための電子部品は、RF コイルアセンブリの周囲にあります。イオン源とトラップに関連するいくつかの電子部品が、真空マニフォールドのトップ

フランジに置かれたエンクロージャ内にあります。中央バルクヘッドと外部カバーによって形成されるエンクロージャ内に、システムコントローラと電源ボードがあります。

トランスファライン

2 つの加熱部分、GC 加熱インターフェース (GCHI) と MS トランスファラインで、GC と質量分析計はつながっています。これらのラインにはヒーターが内蔵されており、サンプルの凝縮によってテーリングが生じるのを防ぐ役割を果たします。1 つめの部分は、GC 加熱インタフェース（GCHI）(図 4) です。GC オーブンカラムはこの加熱された部分（GC オーブンの内壁から GC の外壁）を通っています。GC 電源ボードと GCHI のカートリッジヒーターはヒーターケーブルでつながっています。このケーブルは、GC の電気コンパートメント内のバルブブラケット上にある aux 1 または aux 2 ヒーターコネクタに接続されます。

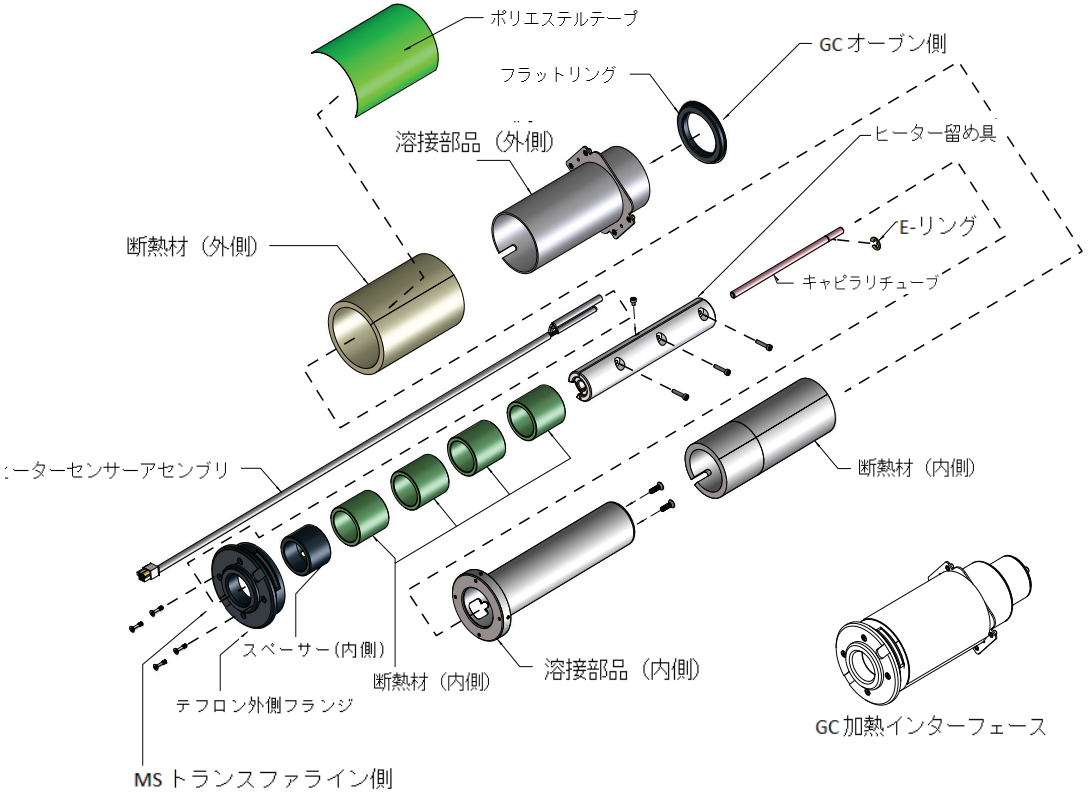


図 4 GC 加熱インタフェース

MS トランスファラインは GC の外壁に位置する GCHI とつながっています。MS トランスファラインの GC 側の端にカラムの真空シールがあります。カラムは MS トランスファラインを通って、MS 真空マニフォールドに入ります。

- 外部イオン化 – カラム溶出ガスは外部イオン化用イオン化室に入ります。
- 内部イオン化 – カラム溶出ガスはイオントラップの電子を発生するフィラメント付近に直接入ります。

GC カラムの先端はチップが付けられます。

- 外部イオン化には、長い金属製チップを使用します。
- 内部イオン化には、短いポリイミド製チップを使用します。

トランスファラインの詳細については、図 5 を参照してください。

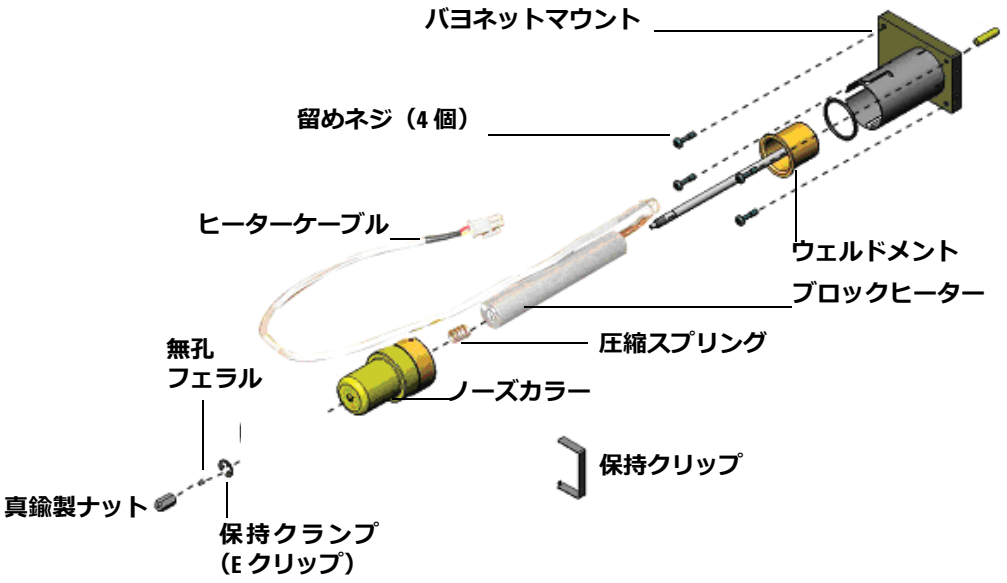


図 5　MS トランスファライン

バヨネットマウントは、アナライザの真空マニフォールドに MS トランスファラインを固定します。アナライザを取り外す前に、MS トランスファラインのノーズをそっと押しながら反時計回りにひねり、トランスファラインを引き出します。トランスファラインがアナライザから退避されていることを確認します。

注意 アナライザを取り外す前にトランスファラインを退避させないと、トランスファラインチップが損傷するおそれがあります。

電源ボードと MS トランスファラインのカートリッジヒーターとの間を、ヒーターケーブルが接続しています。このケーブルは、電源ボードの上部にあるソフトシェルコネクタに差し込まれます。

MS トランスファラインの温度は、[System Control] の [Temperature] ダイアログで設定されます。トランスファラインの温度を設定すると、GCHI の温度も同じ値に設定されます。トランスファラインが維持できる最大温度は 350 ℃で、最小温度は最大カラム動作温度より 30 ℃下です。これより下の温度では、リテンションタイムの変動やピーク範囲の拡大などの悪影響がクロマトグラフに及ぶ可能性があります。

アナライザ

アナライザは以下の要素から構成されます。

- 内部イオン化アセンブリまたは外部イオン源アセンブリ
- イオントラップ
- コンバージョンダイノード / 電子増倍管検出器

アナライザアセンブリのすべてのコンポーネントは、検出器を除いて、アナライザ電子機器を保持するエンクロージャを備えたフランジに取り付けられています。

アナライザアセンブリはイオントラップアセンブリに取り付けられており、イオン源またはイオントラップアセンブリと呼ばれます。

内部イオン化

内部イオン化モードでは、イオンはイオントラップ内で生成されます。イオン化に必要な電子は、イオントラップの入口電極のすぐ外側にある内部イオン化源によって生成され、導入されます。イオン化源は、フィラメントアセンブリと電子ゲート電極および関連する取り付けハードウェアから構成されます。これを保持している U 字型構造は、外部イオン化ではコリメーティング磁石も保持しています（図 6）。

フィラメントアセンブリには、フィラメント 2 つとリペラプレート 1 つがあります。フィラメントは横並びに取り付けられており、オーブンの電子集束レンズ入口の穴からほぼ等距離にあります。240 GC/MS は、動作時に 1 つのフィラメントを使用します。もう 1 つのフィラメントは、1 つめが切れた場合の予備用です。リペラプレートはステンレス製の板で、フィラメントより低い電位に保持されており、電子をトラップ内に反射する役割を果たします。

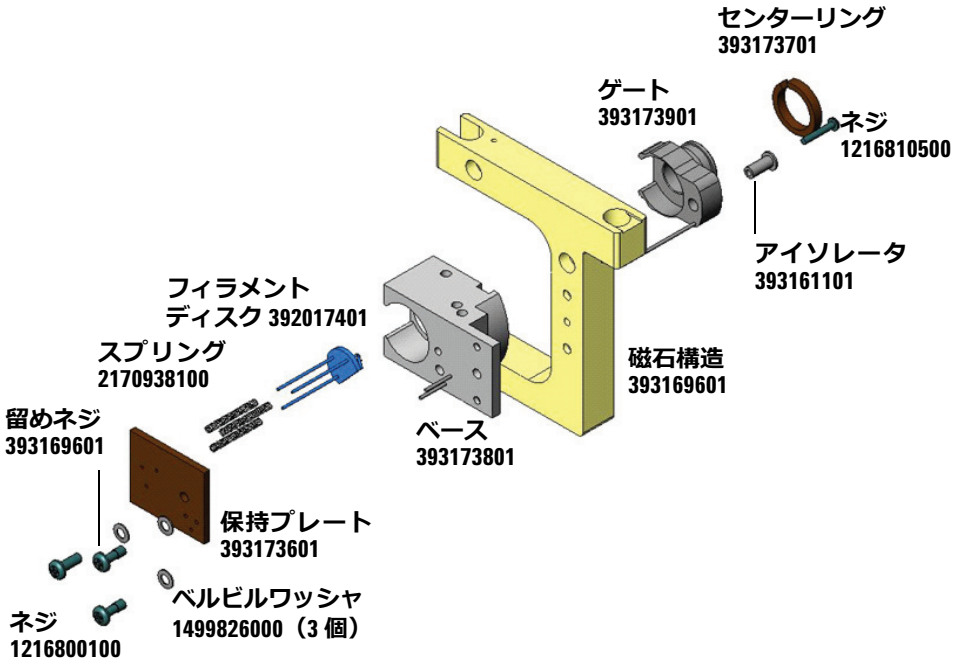


図 6 内部イオン化アセンブリ

各フィラメントは 1 本のレニウム製リボンです。フィラメントは電流で十分に加熱されると、熱電子放出により電子を発生します。フィラメント放出電流は [Internal EI or CI Properties] タブダイアログで設定され、設定範囲は 5 ～ 100µA です。

生成するシグナルの大きさはフィラメントによって異なります。一般的な差は倍程度ですが、5 倍ほどに達する場合もあります。

電子ゲートは、イオントラップへの電子の導入を制御する円筒電極です。加熱フィラメントから放出された電子がイオン化に必要とならない場合、電子ゲートは -150V dc の電位に維持されます。電子ゲートは、陽極酸化層によってフィラメントエンドキャップと絶縁されています。

イオン化に電子が必要な場合、電子ゲートの電位は -120V dc から +120V dc に変化します。ゲート電位が正の間（0 µs ～ 65 ms）、電子はサンプル分子または試薬ガス分子をイオン化するのに十分なエネルギーでイオントラップ内に集束されます。

外部イオン化

外部イオン化モードでは、正または負のイオンがトラップ外の外部イオン源で生成されて、トラップ内に導入されます。外部イオン源は、ハイブリッドイオン化用の試薬ガスイオンも生成します。この場合、サンプルはトラップ内部でイオン化されます。外部イオン源は、2 つのフィラメントアセンブリに挟まれたイオン化室、1 組のレンズ、コリメーティング磁石、ヒーターから構成され、これらすべてがイオン源ブロックで保持されています（図 7）。

サンプルは、イオン源のイオン化室に入った後、イオン化されます。システムは、低圧と高圧の 2 つのイオン化室を使用します。電子イオン化 （EI）には、低圧イオン化室が用いられます。化学イオン化 （CI）には、高圧イオン化室が用いられます。どちらのイオン化室も、薄いステンレス製の円筒で、サンプルとの反応を最小化するためにクロムめっきされています。低圧イオン化室は、トラップに面する側が開いています。高圧 CI イオン化室には小さい穴があいており、イオン化室から出るガスの流れにイオンを載せられるようになっています。この他に、どちらのイオン化室にも、イオン化用電子とサンプル分子が中に入るための穴があいています。CI イオン化室には、この他に CI 試薬用の開口部もあります。CI イオン化室は、ソフトウェア制御の空気圧動作プランジャによって EI イオン化室内に挿入されます。

電子イオン化（EI）の際のサンプルまたは化学イオン化（CI）の際の試薬ガスをイオン化する電子は、2 つのフィラメントアセンブリのうち 1 つから発生します。各アセンブリには 1 つのレニウムフィラメントがあります。フィラメントはリペラプレートと電子レンズの間に挟まれ、セラミック基盤に支えられています。フィラメントを流れる電流から生じる熱によって熱電子放出が起きることにより、フィラメントから電子が発生します。イオン化の際には、リペラが負電圧に、電子レンズが正電圧に設定されることにより、電子がゲート制御されてイオン源内に入ります。イオン化が行われないときには、上記と逆の電圧が設定され、電子がイオン源に入らなくなります。このようなパルスドイオン化法により、質量スキャン中のイオンノイズが減り、イオン化室の汚染も減らすことができます。切り替え中に電子の流れを安定に保つため、リペラと電子レンズの電圧は正しく均衡させる必要があります。これはオートチューニングルーチンによって行われます。電子レンズは、電子をゲート制御してイオン化室内に入れる他に、電子ビームを集束する役割も果たします。電子ビームをさらに集束するために、各フィラメントアセンブリに隣接する 2 つのマグネットによって、電子がイオン源内にコリメートされます（図 8）。

サンプルがイオン化された後、生成したイオンは、3 つのレンズによる静電集束により、イオントラップに向けて送られます。EI の場合、最初のレンズはイオンをイオン源から抽出する役割も果たします。

中央のレンズ （L2）は、極性を変えることにより、イオンをゲート制御してトラップ内に入れる役割も果たします。レンズはニッケルめっきされたステンレス製の円筒であり、レンズ同士が短絡するのを防ぐために、陽極酸化絶縁層が設けられています。各レンズには、電圧接続ポストがあります。

イオン源はヒーターによって高温に保たれます。イオン源との電気的接続は、フレキシブルプリント回路ケーブルによって行われます。これは、トップフランジに取り付けられたプリント回路基板を通じて、電子部品に接続されます。イオン源とフレキシブルケーブルの間には、はんだ接点を保護するための熱シールドが設けられています。

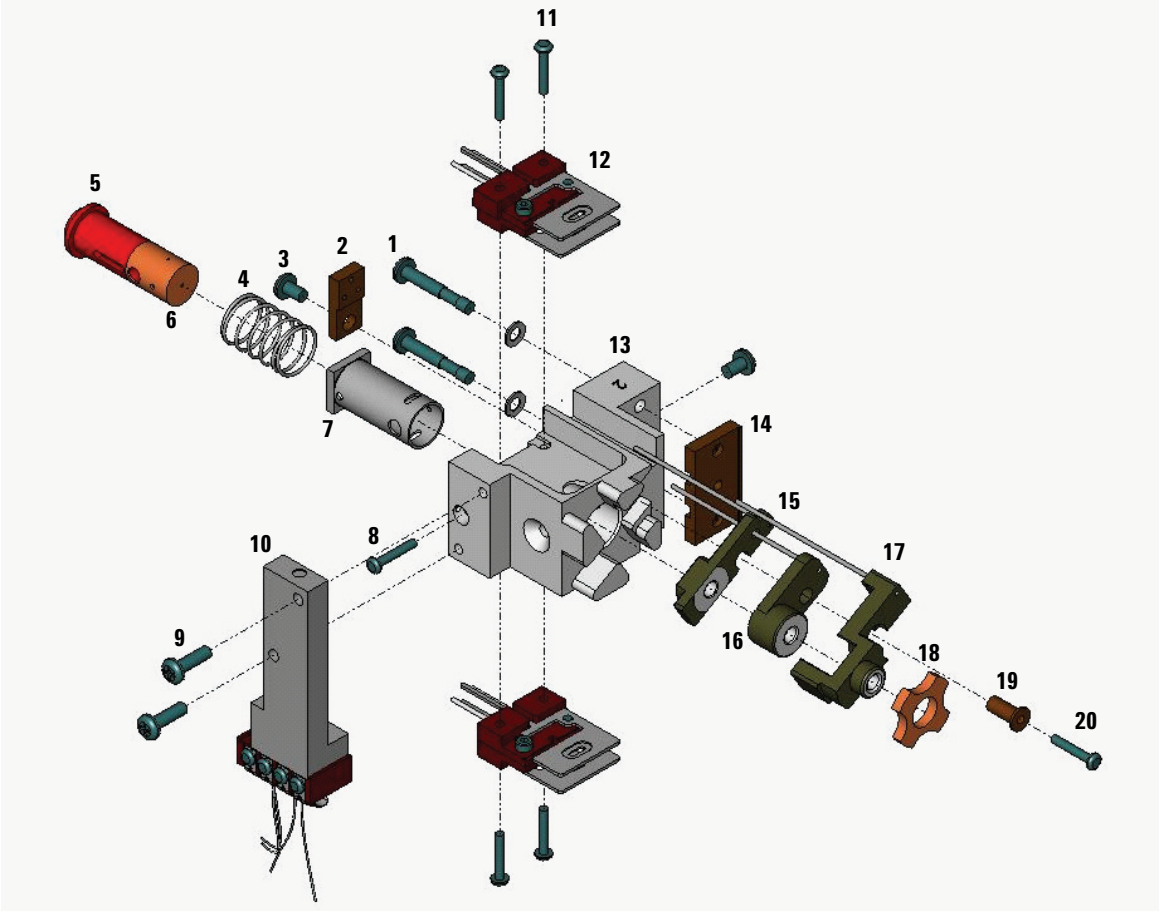


図 7 外部イオン化アセンブリ

表 1 外部イオン源部品リスト

品目	説明	部品番号
1	ネジ	393161901
2	リテーナ、レンズ、ピン	393168101
3	ネジ	1216830400
4	スプリング	393175801
5	CI イオン化室ホルダ	393160701
6	CI イオン化室	393160801
7	EI イオン化室	393168401
8	ネジ	1216810500
9	ネジ	1216830600
10	ヒーターアセンブリ	393102703
11	ネジ	1216810500
12	フィラメントアセンブリ	393151001
13	ブロック	393161001
14	ガスケット	393168001
15	レンズ 1	393168401
16	レンズ 2	393168501
17	レンズ 3	393168601
18	センターリング	393168301
19	アイソレータ	393151101
20	ネジ	1216810500

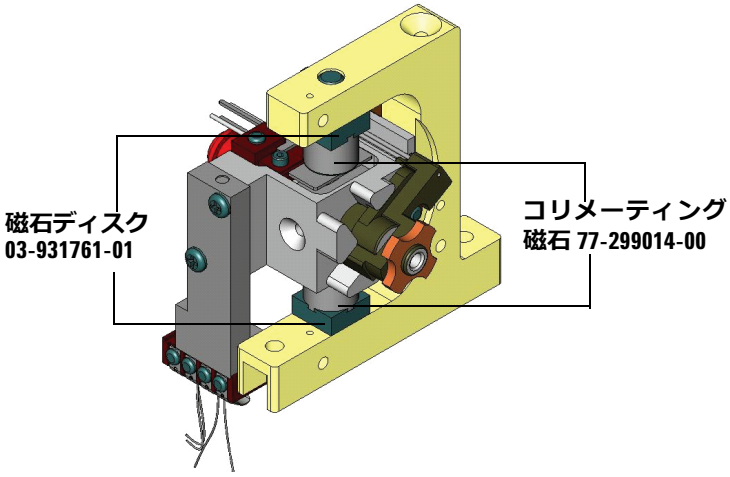


図 8 外部イオン源磁石アセンブリ

ハイブリッドイオン化

ハイブリッド化学イオン化モードでは、外部イオン源で生成された試薬ガスイオンがイオントラップに入り、GC カラムからの検体と反応します。これには次のような利点があります。

- イオン分子の中性試薬との反応を防げること。
- 負イオンが外部イオン源からトラップまで移動する間の損失を避けられること。

ハイブリッドモードでは、外部イオン化用イオン源とセキュリティチップを使用します。ハイブリッドモードでは、外部イオン源が存在し、サンプルがイオントラップに直接入るようにトランスファラインが配置されている必要があります。

イオントラップ

イオントラップアセンブリには、クォーツスペーサで隔てられた 3 つの電極が、加熱されたオーブン内に存在します。これらは、入口電極、リング電極、出口電極と呼ばれ、内側表面が双曲面になっています これらが一体となって、イオン化、フラグメント化、イオンの保存、質量分析を行うための空間を構成します。

入口および出口エンドキャップ電極の中心には穴があります。

- システムが内部イオン化用に構成されている場合、イオン化電子は入口電極の穴に入ります。
- 外部イオン化モードの場合、入口エンドキャップの穴はイオン化されたサンプルの入口となります。

イオンは、出口エンドキャップの穴から出て、検出器に到達します。エンドキャップの端にある穴は、waveform シグナルを伝送するスプリングと接触するバナナプラグ用です。

入口と出口のエンドキャップとトラップオーブンプレートとの間には、4 つの同一のシリカコーティングスペーサがあります。トラップオーブンとそのクランププレートが電極とスペーサを固定します。

RF 発生器アセンブリは、1 MHz の高電圧 RF 電圧を供給します。この電圧は、真空マニフォールドの下側にあるフィードスルーを通じて、RF リング電極に印加されます。適切な RF 電圧を印加すると、イオントラップ電極によって 3 次元の双曲線型電界が発生します。この電界は、安定した軌道にイオンをトラップします。ヘリウムダンピングガスの存在下で、イオンはトラップの中央に向かって冷却されます。RF 電圧が上昇につれて、質量電荷比の大きいイオンの軌道が不安定になります。イオントラップはイオンを排出して、変換ダイノードに、続いて EM に送ります。これによってイオンは検出されます。

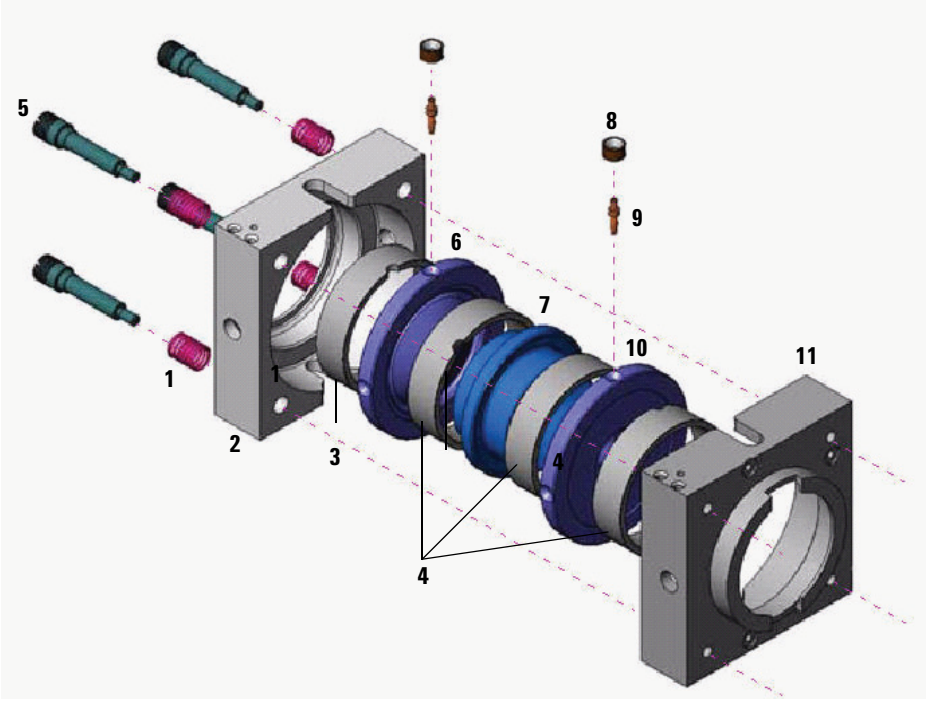


図 9 イオントラップ

表 2 イオントラップ、部品リスト

品目	説明	部品番号
1	スプリング	2171993900
2	トラップオーブン、出口側半分	393102802
3	クォーツ、シルコスペーサ	393053502
4	クォーツ、シルコスペーサ	393053502
5	つまみネジ	393167201
6	シルコエンドキャップ電極	393164493
7	RF 電極、シルココーティング	393053502

表 2　イオントラップ、部品リスト（続き）

品目	説明	部品番号
8	補助 waveform プラグ	393166701
9	バナナプラグ	511519400
10	シルコエンドキャップ電極	393164493
11	トラップオーブン、入口側半分	393102801

質量分析中には、イオンをトラップの中心からずらすために、トラッピング RF 周波数の双極電圧がエンドキャップ間に印加されます。2　つの追加補助 waveform がエンドキャップに印加されます。双極シグナルはエンドキャップ間に異なる位相で印加され、四重極シグナルは同相で印加されます。これらの補助 waveform は、イオンと相互作用します。これらがイオンの動きの 1 つと一致する場合、イオンをトラップからはじき出す働きをします。これらのシグナルは、電極に挿入される小型のバナナプラグからエンドキャップに伝達されます。上部フランジのフィードスルーに取り付けられたスプリングを通じて、バナナプラグにシグナルが伝送されます。

トラップの 3 つの電極すべてに、DC オフセット電圧を印加することもできます。DC オフセットは、外部イオンモードでイオンをトラップに導入しやすくする働きをします。

検出器

トラップから排出されたイオンは、コンバージョンダイノードと電子増倍管検出器の組み合わせによって検出されます。検出器は、準安定イオンがイオン源に入るのを防ぐための円筒形のステンレス製シールド内にあります。

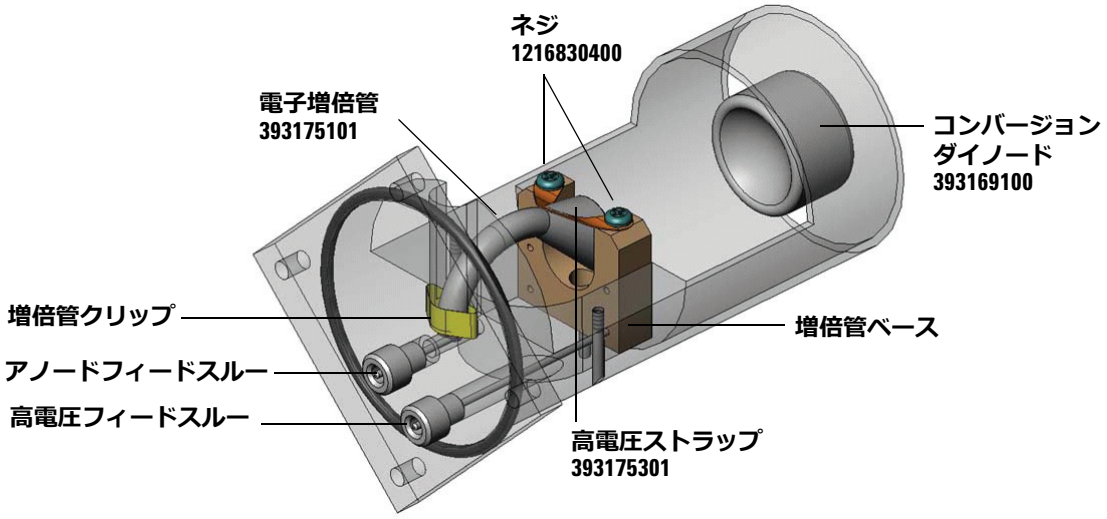


図 10 検出器

トラップから出たイオンは、加速されてオフアクシスコンバージョンダイノードに導かれます。コンバージョンダイノードは、2 次電子放出に使われる正イオンと電子の組み合わせを発生しています。コンバージョンダイノードは、丸形のステンレス製カップがポスト上に吊り下げられた形をしています。カップの表面は、偽の電界放射を防ぐため、滑らかに仕上げられています。

- 正イオンを検出するには、コンバージョンダイノードを大きい負電圧（通常 -10 kV 程度）に設定します。これにより、2 次電子は相対的にポジティブな電位の EM に引き寄せられます。
- 負イオンを検出するには、コンバージョンダイノードを大きい正電圧に設定します。

オフアクシスコンバージョンダイノードを使うことで、オンアクシス検出器で検出される光子の検出を避けることができます。

連続ダイノード EM は、酸化鉛 / ガラス製のファンネル式抵抗器を持ちます。EM のフロントエンドのカソードには、-800 ～ -3000V の負電圧が印加されます。電子がカソードに当たると、2 次放出によってさらに多くの電子が生じます。ファンネル先端のアノードは、グランド電位付近に保たれ、増倍された電子を集める役割を果たします。

コンバージョンダイノードから放出された電子やイオンは高速でカソードに衝突し、カソードの内側曲面からさらに多くの電子を生成します。中へいくほど正電位が高いため、放出された電子は EM 内に引き込まれて加速されます。EM は曲線構造になっているため、放出された電子はすぐに EM の内側表面に再び衝突し、さらに多くの電子が生成されます。このような仕組みで連続的に発生した電子は、カソードの出口端にあるグランド電位に向かって加速されます。

アノードは電子を集めて、EM のすぐ隣にある真空マニフォールドの側面に取り付けられているイオン増幅器にイオンシグナルを送ります。イオン電流は、イオントラップから排出される電子の総数に比例します。通常は、ゲインが約 10^5 になるように、EM に印加する電圧を調整します。すなわち、EM に入る電子またはイオン 1 個に対して、約 10^5 個の電子が発生することになります。

真空システム

真空システムは、真空マニフォールド、フォアラインポンプ、ターボ分子真空ポンプ、イオンゲージ、熱電対ゲージから構成されます。フォアラインポンプは、アナライザを内部に収めている真空マニフォールドの最初の排気を担当します。ターボ分子ポンプはその後の真空化を担当し、真空マニフォールドを 10 µTorr に維持する役割を果たします。熱電対ゲージはフォアラインの圧力を測定し、イオンゲージは真空マニフォールドの圧力を測定します。

真空マニフォールド

ニッケルめっきされたアルミニウムの真空マニフォールドは、内部にアナライザが収容されており、電気配線とニューマティックラインのためのフィードスルーがあります。トップフランジは、エンドキャップ電圧を供給し、プリント回路基板フィードスルーからイオン源への電気的接続を行います。フロントフランジは、化学イオン化（CI）およびキャリブレーションガスを供給し、CI イオン源の切り替え機構をサポートします。サイドフランジは、EM との接続を行います。3 つのフランジはすべて、Viton O- リングで密閉されています。底部にあるライン電圧ヒーターは、焼き出しのための熱を供給します。マニフォールドを包んでいる断熱材によって熱が保たれます。ターボ分子ポンプは、マニフォールド後部に水平に取り付けられています。

フォアラインポンプ

フォアラインポンプは、真空システムの圧力を下げることで、高真空ターボ分子ポンプの動作を可能にする役割を果たします。また、フォアラインポンプは、ターボ分子ポンプからの排出ガスを排気することで、真空圧を維持します。240 GC/MS では、DS-102 または IDP-3 スクロールポンプが使用できます。

フォアラインポンプは、長さ 2.1 m（84 インチ）の内径 1.9 cm（0.75 インチ）真空チューブで、ターボ分子ポンプに接続されます。フォアラインポンプの電源コード差込口は、MS の背面パネルにある「LINE VOLTAGE - PUMP ONLY」というラベルの付いた場所です。電源はここから供給され、フロントパネル下の電源スイッチでオン / オフされます。

フォアラインポンプは、Agilent DS-102 2 ステージロータリーポンプであり、排気速度は 90 L/min、真空ポテンシャルは 1.5 mTorr です。

警告　**化学物質の危険：240 GC/MS で危険な物質を分析する場合は、フォアラインポンプの排気を適切な安全規制に適合する排気システムに導いてください。**

ターボ分子真空ポンプ

ターボ分子真空ポンプは、高真空を実現します。通常の動作条件では、このポンプは約 10 µTorr の真空を、イオントラップアセンブリ外部のマニフォールド領域で実現します。このポンプの定格は 230 L/sec であり、空冷式でサーモスタットにより保護されています。ベアリング近くのポンプハウスの温度が 60 ℃を超えると、ポンプは自動的にシャットダウンします。

ターボ分子ポンプコントローラは、ポンプへの電源供給と調節を行います。コントローラは、ポンプの下の質量分析計のアナライザコンパートメント内にあります。質量分析計の前面パネルにある主電源スイッチを切ると、ターボ分子ポンプコントローラとポンプへの電源が切断されます。

注意　電子部品サービススイッチは真空ポンプをオフにしません。

ターボ分子ポンプコントローラは、ポンプの回転速度を監視します。コントローラは、ポンプの速度に比例するシグナルを、電源ボードを通じてコントローラボードに送ります。ターボ分子ポンプの速度は、**[System Control]** の **[Diagnostics]** タブまたは **[Startup/Shutdown]** タブで見ることができます。

ポンプの速度が最大動作速度の 94% を下回ると、VACUUM OK シグナルがオフになります。フィラメント、EM、RF 発生器、CI 試薬ガスバルブ、およびキャリブレーション用ガスバルブは自動的にオフになります。これは、システムに大きなエアリークがあるか、ポンプが過熱状態にあることを意味します。

イオンゲージ

真空マニフォールドの底部には、Bayard-Alpert ゲージチューブに基づく設計のイオンゲージがあります。ゲージの仕様は、市販のゲージと同等です。公称的に同等のゲージを用いた固定圧力測定値は、± 15% の偏差を示す場合があります。ゲージのミッドレンジでの一般的な精度は ±25% 程度です。

イオンゲージの再現性は通常は非常に良好ですが、応答はガスの組成によって異なります。たとえば、ガスが空気と水で組成されている場合とヘリウムで組成されている場合とでは、圧力の測定値が異なります。イオンゲージは真空状態を大まかに示すだけで、精密な定量化ツールではありません。

イオンゲージはトリアコーティングイリジウム（ThO-Ir）フィラメントを使用しています。これらのフィラメントはバーンアウト耐性があるため、真空マニフォールド内の空気と水に対する許容度が高くなっています。フィラメントの加熱に際して生じる遅延は、フィラメントを安定化させるためのものです。安定した測定値が得られるまで 15 ～ 20 秒程度かかります。

イオンゲージは 1μ ～ 10 mTorr の圧力を測定します。イオン検出ボード上の対数増幅器がコレクタ電流を増幅すると、データシステムがこの電流を圧力測定値として解釈します。

イオンゲージの圧力は、**[System Control]** の **[Manual Control]**、**[Diagnostics]**、**[Startup/Shutdown]** タブで見ることができます。

熱電対ゲージ

熱電対ゲージは、真空圧を測定するもので、フォアラインポンプのホースに取り付けられています。これはシンプルで堅牢なゲージであり、2 Torr ～ 1 μTorr の範囲の真空圧を測定します。

このゲージは、大きなリークやフォアラインポンプの障害を検出するために使用します。

ニューマティック

ニューマティックコンポーネントは、アナライザにガスを供給する役割を果たします。ガスには、ヘリウムダンピングガス、キャリブレーションガス（FC-43）、および種々の CI 試薬があります。

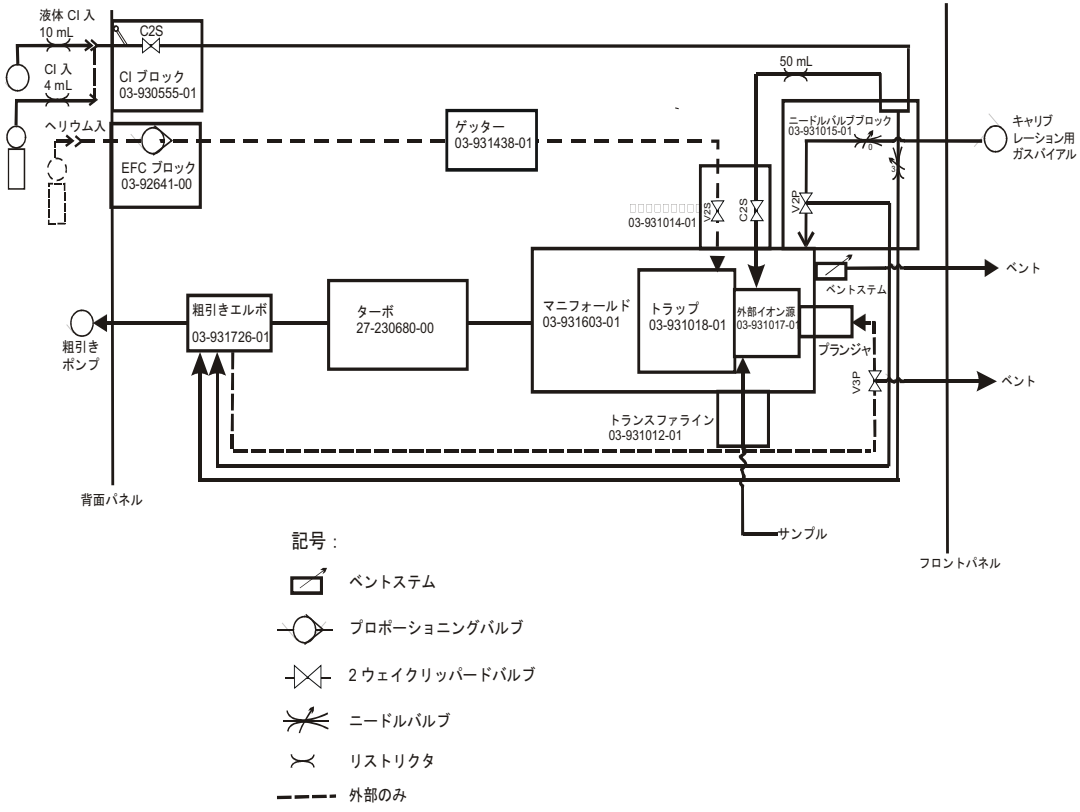


図 11　　ニューマティックシステム

ヘリウムダンピングガス流

- 内部イオン化とハイブリッドイオン化の場合、ヘリウムダンピングガスは GC カラムフローを使用します。
- 外部イオン化の場合、ヘリウムダンピングガスは別に供給されます。ヘリウムは、機器背面の Swagelok フィッティングから入り、一定流量を維持する電子流量コントローラ（EFC）を通してイオントラップに供給されます。

ヘリウムの流量は、**[Manual Control]** の **[Module Attributes]** で設定します。EFC は、流路での圧力降下を測定し、電子制御バルブの位置を調整することで適切な流量を維持します。44 ページの「電子流量制御」を参照してください。EFC を通ったヘリウムは、加熱されたゲッターを通過します。ゲッターは水分やその他の混入物をシステムから除去する働きをします。ゲッターの動作温度は通常 400 ℃ 程度です。

警告

火災の危険：ゲッターにはヘリウム以外のガスを使用しないでください。空気や酸化性のガスを入れた場合、ゲッターが破損して、危険な高温や火災が生じるおそれがあります。

ヘリウムは、真空マニフォールドの側面にあるソレノイドバルブを通じて真空マニフォールドに入ります。コントローラボードは、ゲッターの温度を常時監視しています。導入圧力の低下または真空の障害のために温度が高くなりすぎた場合、コントローラはゲッターの両側でヘリウム流を遮断します。

キャリブレーションガスフロー

キャリブレーション化合物は、パーフロロトリブチルアミン（PFTBA）という化合物で、化学式は $C_{12}F_{27}N$ であり、フルオロカーボン -43（FC-43）と呼ばれます。これは 240 GC/MS のフロントドア内部にある小さいガラス製バイアルに入っています。キャリブレーションガスの流量は、240 GC/MS のフロントドア内部の CI 試薬ニードルバルブの下のブロックにあるニードルバルブによって制御されます。MS ワークステーションは、ニードルバルブの下流にある 3 方向ソレノイドバルブを制御します。キャリブレーションガスフローがオフの場合、粗引きエルボに接続されたラインを通じて、バイアルが真空側に接続されます。これは、圧力が蓄積して、キャリブレーションガスをオンにしたときにガスのパルスが生じるのを防ぐためです。

CI 試薬ガスフロー

CI 試薬は、測定器背面のソレノイドバルブを通じてシステムに入ります。試薬は、ヘリウムソレノイドバルブと同じマニフォールドの側面にある、同じブロック内のリストリクタともう 1 つのソレノイドバルブを通過します。CI ラインには、試薬の一部を排出するための粗引きエルボへのラインが接続されています。これは、CI をオンにしたときの圧力パルスを防ぐためです。CI 制御ニードルバルブは、この真空ライン内の流量を制御することにより、分割比を変更して、イオン源への試薬の流入量を制御します。ガス流は、ソレノイドバルブを通った後、真空マニフォールド内部の磁石構造を通過します。内部化学イオン化の場合、試薬はマニフォールド全体に流入します。外部化学イオン化の場合、試薬は CI イオン化室に入ります。

電子機器

警告 **内部の高電圧：ネジ止めされたカバーの下には、ユーザーによるサービスが可能な部品はありません。機器の修理とサービスについては、弊社カストマコンタクトセンターにお問い合わせください。**

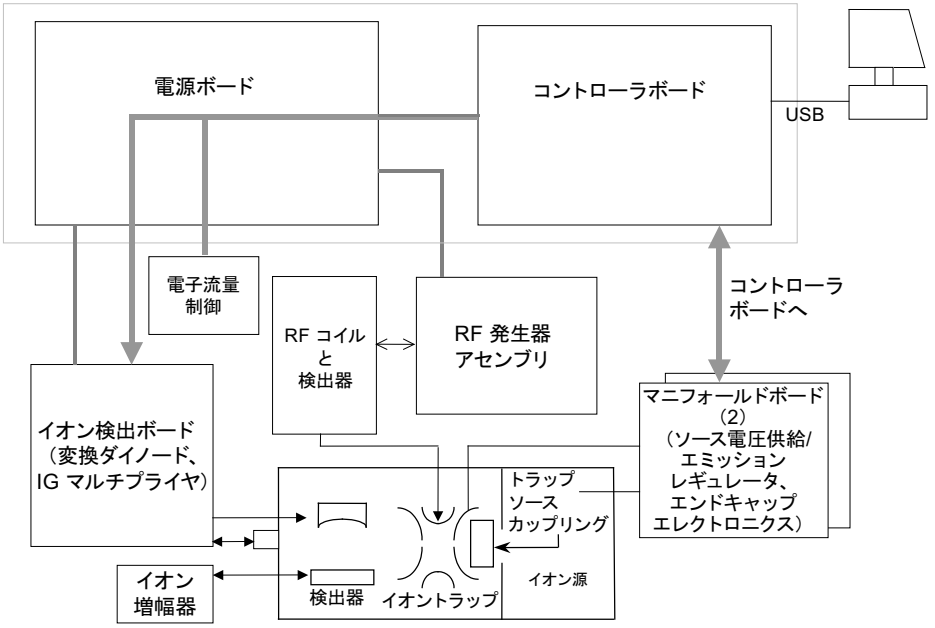


図 12 電子機器のブロック図

240 GC/MS の電気的機能は、8 つのボードに分散されています (図 12 を参照)。ボードは、質量分析計の関連する部分のできるだけ近くに配置されています。RF コイルは、トラッピング電界 RF の発生に関わるもので、機器背面にある電源入力サブシステムです。

各ボードの機能は以下のとおりです。

- **コントローラボード**：質量分析計の動作を制御し、システムから生成されたデータを取り込みます。
- **電源ボード**：機器のすべての電源を生成し、加熱領域の温度を制御し、他のボード間のシグナルをルーティングし、すべてのソレノイドバルブを動作させます。
- **下部マニフォールドボード**：種々のイオン源電圧をドライブし、フィラメントの動作を制御します。
- **上部マニフォールドボード**：補助励起 waveform およびトラッピング電界双極子の切り替えを処理する回路を含みます。
- **RF 発生器アセンブリ**：RF トラッピング電界を生成して制御します。
- **イオン検出器ボード**：システム内のイオンを検出する EM とイオンゲージを通じてイオンを検出します。
- **イオン増幅器**：イオンシグナルを増幅します。
- **電子流量コントローラ**：ヘリウムダンピングガスの流量を制御します。

電源入力サブシステムは、入力電圧を必要に応じて種々のコンポーネントに分配します。

コントローラ

コントローラは以下の処理を行います。

- 動作を制御し、データを取り込みます。
- スキャン機能を実行します。
- 種々のスタティック電圧を設定します。
- バルブなどのコンポーネントをスイッチングします。

コントローラと MS ワークステーションコンピュータとの間のコマンドとデータのやりとりは、USB インタフェースを通じて行われます。

処理サブシステムは、2 つの DSP（デジタルシグナルプロセッシング）マイクロチップを使用しています。これにより、スキャンプロセッサが処理するタイムクリティカル動作と、通信プロセッサが処理する非タイムクリティカル動作とを分離しています。各プロセッサにはプログラムを記憶するためのローカルメモリがあり、その他に、データの保持とコマンドやステータス情報の交換のための共有デュアルプロセッサメモリがあります。スキャンプロセッサは機器制御を担当し、スキャン機能やデータ取込を同期的に実行します。通信プロセッサは、ワークステーションからコマンドを受け取って、蓄積されたデータを非同期に伝送します。

測定メソッドセグメント全体が通信プロセッサにダウンロードされてから、実行と共有メモリへの記憶が行われます。セグメントは、適切なタイミングでコントローラによって起動されます。複数のメソッドセグメントをプリロードしておくことができます。32 MB の DRAM に、スキャン機能の補助 waveform 用の waveform ライブラリが記憶されます。プリロードされたライブラリとプリロードされたセグメントの組み合わせにより、セグメント間の遅延をなくすことができます。

ソレノイドバルブなどのコンポーネントのスイッチングは、ラッチによって制御されます。スキャンプロセッサは、A/D コンバータのセットを通じて、アナログ制御電圧を設定します。A/D コンバータの分解能は、レンズ電圧用の 10 ビットから、トラッピング電界 RF レベル用の 16 ビットにまで渡ります。

取込コントローラ、waveform / メモリコントローラ、RF スキャナには、FPGA（フィールドプログラマブルゲートアレイ）が使用されています。

電源ボード

電源ボードは、ターボ分子コントローラを除くすべての電子部品に電力を供給します。ヒーターとソレノイドバルブを制御し、コントローラボードとシステムボードとの間のシグナルルーティングを実現します。

スイッチング電源は、遅延のない 5A ヒューズによって保護されています。

すべての電圧は、スイッチング電源から供給されます。電源ボードに搭載されているスイッチング電源は次のとおりです。

- +5V DC 電源：全デジタル回路に電圧を供給します。
- -15V および +15V DC 電源：電源ボードとマニフォールド電子部品アセンブリのアナログ回路に電圧を供給します。
- +20V および -20V DC 電源：コントローラと RF 発生器ボードのアナログ回路に電圧を供給します。

- +24V DC 電源：ソレノイドバルブ、ヒーター、EFC、電子部品コンパートメントファン、および EM 電源に電力を供給します。
- +60V DC 電源：RF 発生器ボードに +55V DC の未調整電圧を供給します。
- 200V 電源:種々のレンズ回路およびゲート回路とイオンゲージに電圧を供給します。

電源ボードに搭載されている回路は次のとおりです。

- 4 つのヒーター制御回路：マニフォールド、トラップ、外部イオン源、トランスファラインの各ヒーターにフィードバック制御を提供します。トラップヒーターは比例積分（PI）制御回路を使用します。
- 4 つのソレノイド制御回路：キャリブレーション用ガス、CI 試薬ガス、CI シャットオフバルブ、EI/CI イオン化室の各ソレノイドのオンとオフを切り替えます。
- 診断マルチプレクサ回路：電源ボード上のさまざまなコンポーネントと回路の電圧出力をコントローラボードに送ります。これらの電圧出力には、Diagnostics ページを通じてアクセスできます。

電源ボードの上端には、15 個のモニタ LED があります。緑の LED が点灯しているときは、電源ボード上のさまざまな回路の電圧が正しいレベルであり、障害が発生していないことを意味します。

電源ボードは、質量分析計の他の電子サブシステム用の調整済み電圧のほとんどを供給します。電圧としては、デジタルコンポーネント用の +5V、アナログコンポーネント（増幅器など）用の ±15V、マニフォールド以外のすべてのヒーター用の +24V、トラッピング電界 RF 発生器用の 60V があります。

マニフォールド電子部品

マニフォールド電子部品は、真空マニフォールドの上にあるエンクロージャ内の重なった 2 枚のボードです。これらはイオン化および質量スキャンプロセスに関与します。

- 外部イオン源関連の機能としては、レンズ電圧の供給とヒーター制御があります。
- 外部および内部イオン化関連の機能としては、両モードでのフィラメントの制御があります。

上部マニフォールドボードは、イオントラップエンドキャップ電極に印加される双極 waveform および四重極 waveform を生成します。

- 双極 waveform は、イオン化、アイソレーション、質量スキャンの際にエンドキャップに印加されます。双極シグナルは 2 つのエンドキャップに異なる位相で印加され、エンドキャップ間のシグナルを供給します。
- 四重極 waveform は質量スキャン中に印加されます。四重極シグナルは同相で印加され、エンドキャップとリング電極の間の電圧を供給します。

コントローラボードは、電源ボードを通じて waveform シグナルを送信します。エンドキャップに印加されるシグナルは、トランスによって waveform 電圧が昇圧され、ハイパワーオペアンプによってバッファリングされます。

双極 waveform は 2 つのトランスによって印加されます。1 つは高周波双極 waveform 用、もう 1 つは non-resonant CID の際に印加される低周波方形波用です。質量スキャンプロセス中に印加されるトラッピング電界双極（TFD）電圧は、トラップされたイオンをトラップの中心から移動させる働きをします。トラッピング電界 RF 電流から得られる TFD シグナルは、RF 発生器およびコイルからリング電極に印加される 1 MHz シグナルから結合されて、エンドキャップ内を流れます。エンドキャップとグランドの間のインピーダンスが変化することによって、TFD のオンとオフが切り替わります。TFD がオフの場合、低インピーダンスが適用されます。TFD がオンになると、1 つのエンドキャップに高い容量性インピーダンスが、もう 1 つのエンドキャップに誘導性インピーダンスが適用される結果、位相の異なる双極シグナルが生じます。

下部マニフォールドボードには、イオン源関連の次のような電子機能があります。

- 増幅器：コントローラボードから受け取った設定値に基づいて、適切なレンズ電圧をイオン源に印加します。
- フィラメントコントロール回路
- コンディショニング電子回路：抵抗温度デバイス（RTD）からの高レベル温度測定シグナルを供給し、温度制御および診断ツールを提供します。

RF 発生器アセンブリ

RF 発生器アセンブリは、RF 発生器回路ボード、RF 検出器回路ボード、および RF コイルから成ります。コイルと検出器回路ボードは、真空マニフォールドの下のシールドハウジングの中に収納されています。発生器回路ボードはこのシールドハウジングの背面に接続されます。

RF 発生器回路ボードは、スキャン内の現在の質量位置に比例するアナログシグナルをコントローラボードから受け取り、イオントラップに必要な RF 電圧を供給します。RF 検出器回路ボードは、イオントラップに実際に印加されている RF 電圧に比例するシグナルを RF 発生器ボードに送ります。RF 発生器ボードは、必要な RF 電圧と実際の RF 電圧を比較して、これらが一致するように増幅器のゲインを調整します。イオントラップに必要な高電圧は従来型電子増幅器の処理能力を超えているため、RF コイルとイオントラップ静電容量から成る共振 LC 回路が使われます。コイルのイオントラップ側における共振時の RF 電圧は、RF 発生器回路側の約 150 倍の大きさになります。

イオン検出ボード

イオン検出ボードには、イオン検出に使用される EM やイオンゲージの電子部品が装備されています。電源は、EM のカソードに電圧を印加します。電源の電圧はコントローラからのシグナルによってスイッチングされます。マルチプライヤー回路には -800 ～ -3000 の電圧がかかります。また、イオン検出ボード上には、イオンゲージ用の放出電流調整回路と、イオンゲージ用の真空シグナルを受け取ってコンディショニングする電子部品が装備されています。

イオン増幅器

イオン増幅器は、EM からの電流をコントローラボードの A/D コンバータ用の電圧に変換し、シグナルを 10^7 倍に増幅します。帯域幅を最大化するため、増幅器は真空マニフォールドの複数出力フィードスルーに近い側面に取り付けられています。

電子流量制御

電子流量コントローラ（EFC）は、外部イオン化用のヘリウムダンピングガスの流量を制御します。閉ループフィードバック制御システムによって、適切な流量が維持されます。流量設定値は D/A コンバータ（DAC）によって設定され、コントローラボードが DAC に設定を送ります。制御電子回路は、既知の開口部の両端の圧力を 2 つの圧力トランスデューサによって測定することで、流量を読み取ります。流量は比例ソレノイドバルブによって設定されます。流量と差分圧力との間の関係は、工場でのキャリブレーションによって設定されます。温度による流量の差を補正するため、周囲温度が測定されます。EFC は、マニフォールドのヘリウムカットオフバルブも制御します。このバルブは、ゲッター温度が上昇しすぎた場合、またはヘリウム注入口圧力が 20 psi 未満に下がった場合に閉じられます。

電源入力サブシステム

電源入力サブシステムには、以下の要素が含まれています。

- 主電源スイッチ
- ブレーカー
- パワーリレーボード
- サービススイッチ
- 入力電圧スイッチ

主電源回路

入力電源は、90 ～ 130 VAC、60 Hz±3 Hz（または 180 ～ 230VAC、50 Hz±3 Hz）であり、MS の背面パネルの J1 から入って、ラインフィルタ、フロントパネルのスイッチで制御されるリレーボード、そしてブレーカーの順に通過します。ブレーカーを通過した後、電源は 2 方向に分割されます。

- 1 つめの経路は、J2 を通じて、ターボ分子ポンプコントローラおよびフォアラインポンプにつながります。ターボ分子ポンプコントローラは、電源ボードにスタートアップ電力を供給し、ターボポンプの速度を調整します。
- もう一方の経路は、電源ボードと残りの電子部品への電力を制御する電子部品サービススイッチにつながります。電子部品サービススイッチを使用すると、電子部品の点検保守が必要な場合に真空状態を維持することができます。

警告 **感電の危険：緊急時にはすべての電源をオフにしてください。**

警告 **本機器が本マニュアルの指定以外の方法で使用された場合、本機器に装備された安全保護機能が低下します。**

安全にお使いいただくために

本機器を使用するにあたっては、忘れてはならない安全上の注意点がいくつかあります。

MS 内部で高電圧がかかる部品

MS が電源に接続されている場合は、電源スイッチが切れていても、危険な電圧が以下の箇所に残留している可能性があります。

- MS 電源コードと AC 電源間の配線、AC 電源本体、および AC 電源と電源スイッチ間の配線。

電源のスイッチがオンの場合は、以下の箇所に危険な電圧が残留している可能性があります。

- 機器内のすべての電子ボード。
- これらのボードに接続された内部配線およびケーブル。
- ヒーター（オーブン、検出器、注入口、またはバルブボックス）用配線。

警告 **これらの部品はすべて、カバーで遮蔽されています。安全カバーが適切な位置にあれば、危険な電圧に間違って接触する可能性はまずありません。特に指示されない限り、カバーを取り外す場合には、検出器、注入口、またはオーブンを必ずオフにしてください。**

警告 **電源コードの絶縁体が擦り切れたり磨耗したりした場合は、電源コードの交換をお願いします。不明な点は弊社カストマコンタクトセンターにお問い合わせください。**

静電気による MS の損傷

MS 内のプリントボードは、静電放電によって損傷する可能性があります。やむを得ない場合を除き、ボードには触らないでください。ボードを取り扱う必要がある場合は、接地されたリストストラップを着用し、その他の帯電防止措置を取ってください。

非常に高温となる部品

GC/MS の部品の多くは非常に高温で稼動しており、触れると重度のやけどを負う恐れがあります。次のような部品が高温になりますが、これがすべてではありません。

- 注入口
- GC オーブンとその内容物
- MS イオントラップオーブン
- MS マニフォールド
- MS トランスファライン
- GC 加熱インタフェース
- カラムを注入口または検出器に取り付けるカラムナット
- バルブボックス
- フォアラインポンプ

上記部分における作業は、加熱した部分を室温まで冷却してから行います。加熱した部分の温度を最初に室温に設定すると、早く温度が下がります。設定温度になったら、該当部分の電源を切ります。高温部分でのメンテナンスが必要な場合は、手袋を着用してレンチを使用します。できる限り、機器のメンテナンスを行う部分を冷却してから作業を実施してください。

警告 **機器の背面で作業を行う場合は注意してください。GC の冷却中に高温の排気が放出され、やけどの原因となる恐れがあります。**

警告 **注入口、検出器、バルブボックス、および絶縁カップを取り巻く絶縁体には、耐熱セラミック繊維が使用されています。繊維粒子を吸引しないように、次の安全手順を守ることをお勧めします。作業場所を換気してください。長袖、手袋、保護めがね、使い捨て防塵マスクを着用してください。絶縁体はビニールの袋に封をして処理してください。絶縁体を扱ったら、低刺激性の石鹸と冷水で手を洗ってください。**

標準のフォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがあります

オイルパン内の油布、紙タオルなどの吸収性のある素材は、発火してポンプや MS の他の部品を損傷する恐れがあります。

警告 **フォアライン（粗引き）ポンプの下、上、または周囲に置かれた可燃性のある素材（または、引火性 / 非引火性の浸潤性素材）は、引火の恐れがあります。パンを清潔に保ち、紙タオルなどの吸収性のある素材をなかに放置しないでください。**

安全および規制に関する認証

240 GC/MS イオントラップは、次の安全基準に適合しています。

- Canadian Standards Association (CSA): CAN/CSA-C222 No. 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): UL 61010-1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010-1
- EuroNorm (EN): 61010-1

240 GC/MS イオントラップは、電磁両立性（EMC）および無線周波数干渉（RFI）に関する次の規制に適合しています。

- CISPR 11/EN 55011: グループ 1、クラス A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

この ISM デバイスは、カナダの ICES-001 に適合しています。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.

240 GC/MS イオントラップは、ISO 9001 に登録された品質システムに基づいて設計および製造されています。

情報

Agilent Technologies 240 イオントラップ GC/MS は、次の IEC（国際電気標準会議）の規格を満たしています。安全クラス 1、実験機器、設置カテゴリ II、汚染度 2

本機器は、認証された安全基準に準拠して設計、テストされており、室内における使用を目的として設計されています。本機器が製造者の指定以外の方法で使用された場合、本機器に装備された安全保護機能が低下します。MS の安全保護機能が低下した場合は、すべての電源から機器を外して、意図しない動作が発生しないようにしてください。

修理については、正規のサービス員にお問い合わせください。部品を交換、または機器を無断で改造すると、安全上の問題が生じる可能性があります。

警告ラベル

この機器の操作、サービス、および修理の全段階を通じて、マニュアルやこの機器で表示される警告を必ず守ってください。これらの注意を遵守しなければ、設計の安全基準や機器の使用目的に反することになります。Agilent Technologies は、お客様がこれらの要件を遵守しなかった場合の責任は一切負わないものとします。

詳細については、付随情報を参照してください。

高温部を表します。

危険電圧を表します。

アース（接地）ターミナルを表します。

火災・爆発の危険性を表します。

放射能の危険を表します。

静電気の危険を表します。

このラベルの付いている電気製品は家庭ゴミとして捨ててはいけないことを示します。

電磁両立性（EMC）

このデバイスは CISPR 11 要件に準拠しています。操作は、次の条件のもとで実施されるものとします。

- このデバイスによる有害な干渉が発生しないこと。
- このデバイスは、すべての干渉（誤動作を引き起こす可能性のある干渉を含む）に順応できること。

この機器がラジオやテレビの受信に有害な干渉を引き起こすかどうかは、機器のスイッチをつけたり切ったりすることで判断できます。干渉を引き起こす場合は、次の手段を 1 つ以上試すことをお勧めします。

1 ラジオやアンテナの位置を動かす。

2 ラジオまたはテレビからデバイスを遠ざける。

3 デバイスを別のコンセントに差し込んで、ラジオまたはテレビとは別の電気回路を使用する。

4 すべての周辺機器についても EMC が認証されているか確認する。

5 適切なケーブルでデバイスを周辺機器に接続しているか確認する。

6 機器の販売店、Agilent Technologies、または実績のある技術者に相談して支援を求める。

7 Agilent Technologies が明示的に認めた以外の変更または改造が行われた場合、機器を操作するユーザー権限が無効になることがあります。

放射音圧レベル

音圧

音圧（Lp）< 70 dB（1991 年 EN 27779）

製品のクリーニング / リサイクル

外装をクリーニングする場合は、電源を外して、水気のない柔らかい布で拭いてください。製品のリサイクルについては、所在地域の弊社営業所にお問い合わせください。

液体の流入

MS に液体をこぼさないでください。

MS の移設と保管

MS の機能を適切に維持する最良の方法は、キャリアガスの流入で MS を真空排気して温度を保つことです。MS を移設あるいは保管する計画がある場合は、さらにいくつかの予防措置が必要となります。MS は常に直立した状態を維持しなければならず、移動中はこの点に特に注意が必要です。MS は長い間大気開放した状態のままであってはなりません。

2
GC カラムの取り付け

カラム　54
キャピラリカラムの取り外し　55
キャピラリカラムの取り付け準備　58
スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリ カラムの取り付け　60
キャピラリカラムのコンディショニング　62
キャピラリカラムの取り付け　63

お使いの GC/MS システムを稼動させる前に、GC カラムの選択、取り付け、コンディショニングが必要です。本章ではカラムの取り付けおよびコンディショニング方法を説明します。

カラム

カラムのコンディショニング

新しいカラムを MS トランスファラインに接続する前には、コンディショニングが必要です。

キャピラリカラムの液相の一部が、キャリアガスによって流されることがよくあります。この現象をカラムブリードと言います。カラムブリードはイオントラップ電極に付着します。カラムブリードによってバックグラウンド汚染が増え、MS 感度が落ちるため、トラップ電極の洗浄が必要となります。

カラムブリードは、一般的に新しいカラムやクロスリンクが不十分なカラムで発生します。カラムが熱せられたときにキャリアガス中に微量の酸素があると、ブリードはさらにひどくなります。カラムブリードをできるだけ少なくするには、すべてのキャピラリカラムをコンディショニングしてから MS トランスファラインに取り付けてください。

フェラルのコンディショニング

フェラルを取り付ける前に最高使用温度まで数回加熱すると、フェラルからの化学物質によるブリードを減らすことができます。

ヒント

- 普通の押しピンを使ってカラムナットから古いフェラルを取り外すことができます。
- 99.9995% 以上の純度のキャリアガスを常に使用してください。
- 何回も加熱と冷却を繰り返すと、熱膨張によって新しいフェラルが緩むことがあります。2、3 回加熱した後に、締まり具合を確認してください。
- カラムを取り扱うとき、特に MS トランスファラインにカラムの先端を挿入するときは常に清潔な手袋を着用してください。

警告 **キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。**

キャピラリカラムの取り外し

準備するもの

- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 保護メガネ
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- 両口スパナ、5/16 インチ
- 糸くずが出ない布
- アルミホイル
- セプタム

手順

警告

キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。

1 カラムを損傷したり、人体を危険にさらしたりしないよう、77 ページの「MS を GC から離す」のすべての手順に従います。

清潔なツールを使用し、ナイロン製の清潔なリントフリー手袋を着用することによって、MS トランスファライン、注入口、およびキャピラリカラムの汚染を防ぎます。部品を取り外す際は、清潔で糸くずのない無塗装面に部品を置きます。

2 3/16 インチスパナと 5/16 インチスパナを使用して、MS トランスファラインの先端のインタフェースナットを緩めます。

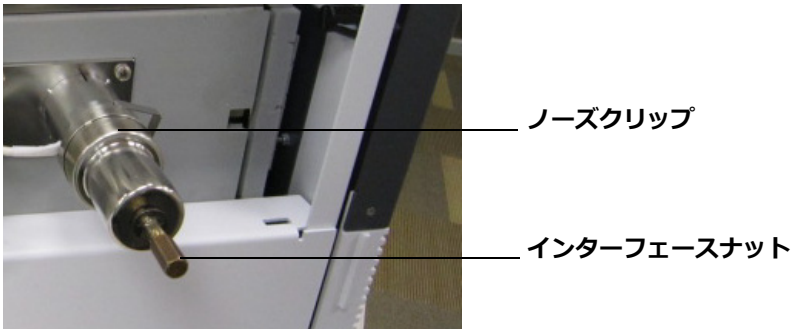


図 13 MS トランスファラインとカラムの接続

3 キャピラリカラムを MS トランスファラインから取り外します。

4 インタフェースカラムナットとフェラルをカラムから取り外します。

5 フェラルをナットから取り外してフェラルを廃棄するか、新しいインタフェースナット（394955100）を使用します。

6 GC オーブンの内側の GC 加熱インタフェースからカラムの MS トランスファライン側を引いて、オーブンに入れます。

7 カラムの出口側をセプタムで密封し、カラムサポートケージにカラムを巻きつけます。

MS マニフォールドラインを真空マニフォールドから引き抜くには

1 MS トランスファライン加熱ケーブルを抜き取ります。

警告 **高電圧がかかっており危険です。MS の電源コードを必ず抜いてください。**

2 MS トランスファラインのノーズをつかんで、マニフォールドの方向に軽く押しながら反時計回りに回転させます。MS トランスファラインをマニフォールドからやさしく引き離します。

3 ノーズクリップを取り外して、MS トランスファラインをバヨネットホルダから取り出します。図 13 を参照してください。

4 MS トランスファラインを清潔なアルミホイルで包んで、清潔で乾燥した面に置きます。

5 アナライザの開口部をアルミホイルで覆います。

キャピラリカラムを GC 注入口から取り外すには

1 カラムを注入口に固定しているキャピラリカラムナットを 5/16 インチスパナで緩めます。

2 ナット、フェラル、およびカラムを注入口から慎重に取り外します。

3 カラムナットをフェラルと共にずらして、カラムの終端から取り外します。

4 フェラルをカラムナットから取り外して、フェラルを廃棄します。

5 カラムサポートケージをカラムと共に慎重に持ち上げて、カラムハンガから取り外します。次に、サポートケージとカラムをオーブンから取り外します。

6 カラムの端をセプタムで密封します。

7 カラムとサポートケージを保管します。

キャピラリカラムの取り付け準備

準備するもの

- キャピラリカラム
- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.27-mm id、0.10-mm id カラム用（5062-3518）
  - 0.37-mm id、0.20-mm id カラム用（5062-3516）
  - 0.40-mm id、0.25-mm id カラム用（5181-3323）
  - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用（5062-3514）
  - 0.8-mm id、0.53-mm id カラム用（5062-3512）
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 注入口カラムナット（Agilent 7890 用 5181-8830）
- ルーペ
- セプタム（使用されて古くなった注入口セプタムでも可）
- 糸くずが出ない布
- メタノール

手順

警告 **キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。**

1 セプタム、カラムナットおよびコンディショニングされたフェラルをカラムの端に突き通します（図 14）。フェラルのテーパー側を上に向けて通します。

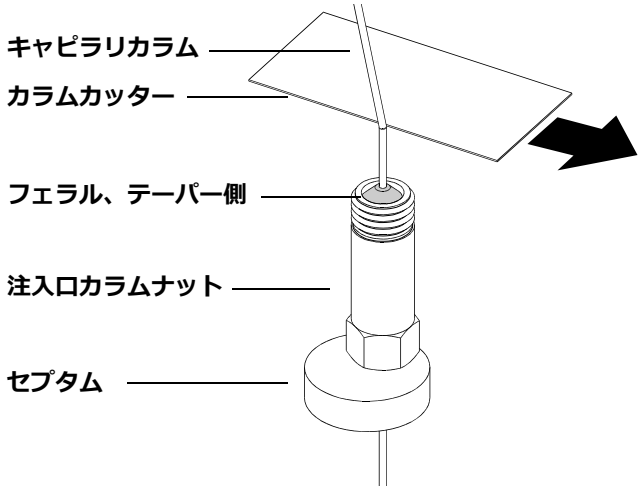


図 14　キャピラリカラムの取り付け準備

2 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに傷を付けます。

3 カラムの端を折ります。カラムカッターで傷を付けた反対側から親指でカラムを押さえます。カラムカッターの反対方向へカラムを折ります。

4 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 2 および 3 を繰り返します。

5 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

準備するもの

- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- カラム測定ツール（393180501）
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- イソプロパノール

他のタイプの注入口にカラムを取り付けるには、『ガスクロマトグラフユーザー情報』を参照してください。

手順

1. カラムの MS 側の終端を GC のサポートケージから約 60 cm（24 インチ）巻き戻します。
2. カラムを GC オーブン内のカラムラックに置きます。
3. カラムの注入口側の取り付け準備をします（58 ページの「キャピラリカラムの取り付け準備」を参照してください）。

4 カラムをフェラルの端から 4 ～ 6 mm 出るように調整します（図 15）。

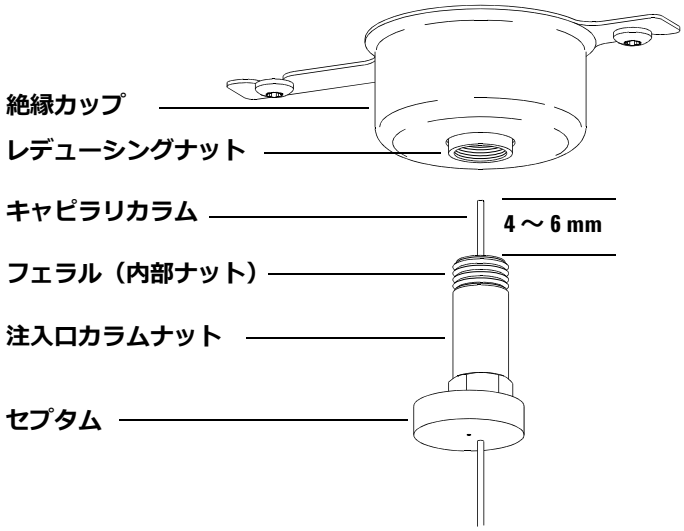


図 15　スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

5 セプタムをずらしてナットとフェラルを正しい位置にします。

6 カラムを注入口に挿入します。

7 ナットをスライドさせてカラムを注入口の底まで上げ、ナットを指で締めます。

8 セプタムがカラムナットの底と接するようにカラム位置を調整します。

9 カラムナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。軽く引っ張ってもカラムがずれないようにします。

10 キャリアガスをオンにします。

11 カラムの出口側をイソプロパノール等に浸けてガスの流れを検証します。泡が出ていることを確認します。

キャピラリカラムのコンディショニング

準備するもの

- キャリアガス（純度 99.9995% 以上）
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- サンプルバイアル（メタノール）

手順

1 カラムを GC 注入口に取り付けます（60 ページの「スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリ カラムの取り付け」を参照してください）。

2 GC オーブンを加熱せずに 15 分間キャリアガスをカラムに流します。

3 オーブンの温度を 5 ℃ /min の割合で、使用する分析温度の最高値より 10 ℃ 高い温度まで上げます。

注意 最大分析温度がさらに上がる可能性がある場合は、カラムの使用可能最高温度で 60 分間保持します。カラムをコンディショニング時より高い温度で動作させると、トラップ電極上に過剰なカラム液相が付着します。これによりバックグラウンドレベルが上昇し、感度が低下します。

4 オーブン温度が 80 ℃ を超えたら、5 µL のメタノールを GC に注入します。5 分間隔であと 2 回繰り返します。このような処置を行ってカラムから汚染物質を除去してから、MS トランスファラインにカラムを取り付けてください。

注意 MS トランスファライン、GC 加熱インタフェース、GC オーブン、注入口のいずれも、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

カラムを最大許容温度に保持する時間は、60 分を限度にしてください。

5 この温度を保ちます。キャリアガスを数時間または一晩中流し続けます。

6 GC オーブン温度を低い待機温度に戻します。

キャピラリカラムの取り付け

この手順の最初では、カラムは MS トランスファラインに取り付けられていません。MS トランスファラインはバヨネットマウントから取り外され、アルミホイルに包まれています。GC と MS の間の距離は、12 インチ（30cm）です。

準備するもの

- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.3-mm id、0.10-mm id カラム用（5062-3507）
  - 0.4-mm id、0.20-mm id および 0.25-mm id カラム用（5062-3508）
  - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用（5062-3506）
  - 0.8-mm id、0.53-mm id カラム用（5062-3512）
- ルーペ（拡大ルーペ）
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- インタフェースカラムナット（394955100）
- 保護メガネ
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- 両口スパナ、3/16 インチ
- 内部モードではカラム測定ツール（部品番号 393180501）を使用
- 糸くずが出ない布

手順

警告

キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。

1 GC 注入口にカラムを取り付けて、カラムをコンディショニングします。60 ページの「スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリ カラムの取り付け」と 62 ページの「キャピラリカラムのコンディショニング」を参照してください。

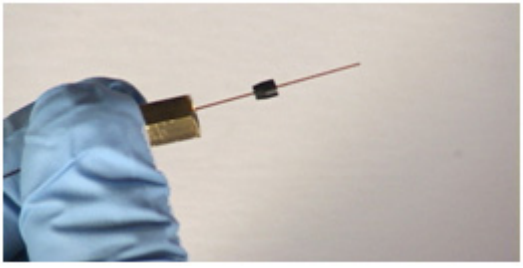
2 オーブン、注入口、GC 加熱インタフェース、および MS トランスファラインの温度を 35 ℃ に設定して、GC の加熱サーフェスを冷却します。GC はオーブンの冷却を機械的に支援するため、GC の電源を切らないでください。カラムの固定相に損傷を与えないよう、カラムが冷却されるまでキャリアガス流量を停止しないでください。

3 GC オーブンドアを開いて、カラムの MS 側の終端をサポートケージから約 60 cm（24 インチ）巻き戻します。

4 GC の右側にある GC 加熱インタフェースの開口部からカラムを差し込みます。十分な長さのカラムが GC 加熱インタフェースから突き出るようにして、MS トランスファラインと接続できるようにします。

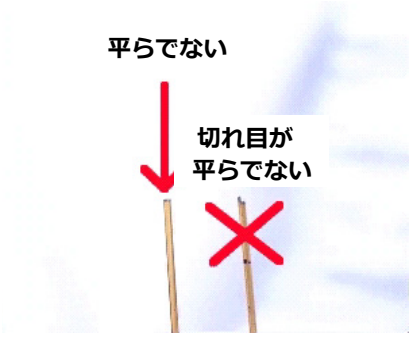
5 幅広のネジ山が付いたインタフェースナットをカラムの終端に向かってスライドさせます。次に、ナットをカラム上で 5 cm（数インチ）ほどスライドさせます。

6 テーパがインタフェースナットに面するようにして、コンディショニングされた新しいグラファイト /Vespel フェラルを GC カラムの出口側に取り付けます。フェラルをナットと共にカラム上で約 30 cm（12 インチ）スライドさせます。



7 カラムの先端を MS トランスファラインのノーズ側から慎重に差し込んで、カラムをスライドさせて MS トランスファラインに通し、カラムの先端が MS トランスファラインチップより約 20 cm（8、9 インチ）突き出るようにします。

8 セラミックウェハカッターを使ってカラムの先端から約 2 cm（1 インチ）の箇所に一度軽く傷を付けます。



9 メタノールに浸したローリントワイパーでカラムの終端 15 cm（6.0 インチ）をやさしく拭きます。ワイパーの繊維がカラム先端の開口部から混入するのを防ぐため、カラムの先端に向かって拭いてください。

カラムを MS トランスファラインに取り付けるには

1 インタフェースカラムナットを MS トランスファラインの終端に留めます。ただし、ナットを完全に締めないでください。

2 内部またはハイブリッドモードでは、測定チップを茶色の MS トランスファラインチップに交換します。

3 イオン化モードに応じてカラムのチップを取り付けます。

- **外部モード：**カラムの先端が MS トランスファラインチップより約 1 mm（1/32 インチ）突き出るようにします。
- **内部またはハイブリッドモード：**カラムの先端が内部 MS トランスファラインチップの出口から 8 mm 突き出るようにします。

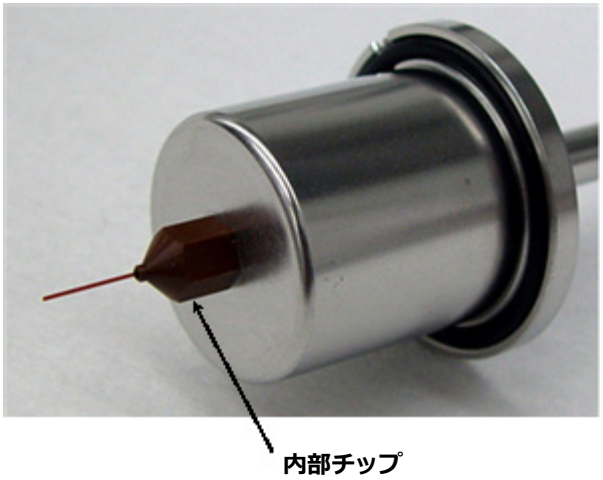


図 16 内部チップの取り付け

4 3/16 インチスパナで MS トランスファラインをしっかりつかんでインタフェスナットを締め、5/16 インチスパナでナットを適度に締めます。強く締めすぎないようにしてください。

注意

ナットを締めるときに、MS トランスファライン内のカラム位置が変わる可能性があります。その場合は、ナットを緩めてカラムの位置を再調整して、カラムが MS トランスファラインチップから適切な長さだけ突き出るようにしてください。

5 MS トランスファラインの先端をメタノールでクリーニングします。

次に、94 ページの「GC に対して正しい位置に MS を移動する」を参照してください。

3
MS メンテナンス手順

一般的な推奨事項 68
工具と材料 69
MS をオフにする 70
窒素パージの使用 73
MS を GC から離す 77
MS トランスファラインの退避 78
MS トランスファラインのバヨネットマウントからの取り外し 80
アナライザアセンブリの取り外し 81
イオン源とトラップアセンブリの取り外し 83
イオン源とトラップアセンブリの取り付け 85
アナライザアセンブリの取り付け 90
GC に対して正しい位置に MS を移動する 94
MS をオンにする 96
真空状態の確認 98
MS の焼き出し 100
外部イオン源フィラメントの交換 101
内部イオン源フィラメントの交換 105
電子増倍管（EM）の交換 108
ダンピングガスゲッターの交換 112
ターボ分子ポンプの交換 112
キャリブレーション用ガスバイアルの充填 113
イオン化モードの変更 115

Agilent Technologies

一般的な推奨事項

- システムに混入物が入らないように注意してください。
- システムを操作する前に手を洗います。ハンドクリームや香料が多量に添加された石鹸の使用は避けます。
- 内部部品を取り扱う際には、粉末の出ないニトリル手袋を着用します。これ以外の手袋を使用すると、化学物質の残留のおそれがあります。上記の手袋が使用できない場合は、リントフリー綿またはリントフリーナイロンの手袋を着用します。非常に高温になる部品を取り扱う際には、ナイロンやニトリルの手袋は避けてください。
- すべての工具が正常で、グリースやその他の混入物が付着していないことを確認します。
- イオン源と MS トランスファラインチップは、付属の混入物のないコンテナに保管します。
- フィルタを通した清浄な圧縮空気とローリントワイパーを使って、真空マニフォールド内部とシーリング表面上の粒子を取り除きます。
- 開いたマニフォールドや露出した部品を操作しないときは、ケミカルワイプまたはアルミホイルで覆っておきます。

工具と材料

MS のメンテナンスには以下の工具と材料が必要です。

- ピンセットまたはラジオペンチ
- 軸の長いプラスドライバ
- 軸の長いマイナスドライバ
- 3/16 インチスパナ（または付属の MS トランスラインツール）
- 5/16 インチスパナ
- 1.5 mm アレンスパナ
- 歯ブラシ
- ビーカー
- 超音波洗浄機
- 工作用ナイフ（X-acto ナイフなど）
- パスツールピペット
- 手袋：粉末の出ないニトリル製、リントフリー綿製、またはリントフリーナイロン製
- キムワイプなどのケミカルワイプ
- 脱イオン水
- イソプロピルアルコール、メタノール、または塩化メチレン
- アセトン
- 中性洗剤（pH 6 ～ 7.5）
- 酸化アルミニウム
- 綿棒
- サンドペーパー

MS をオフにする

警告 **やけどの危険：分解する前に加熱部を冷却するようにします。**

1 **[System Control]** の **[Startup/Shutdown]** タブの左上隅にある **[Shut Down]** をクリックします。ヒーターがオフになり、ターボポンプの速度がフル速度の 35% まで徐々に低下します。シャットダウンが完全に終了するまでには数時間かかることがあります。

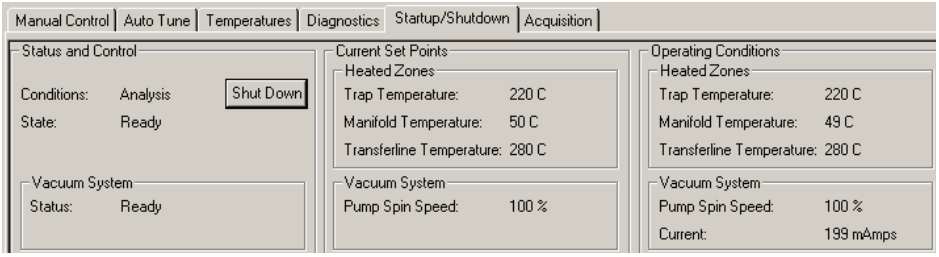


図 17 MS のシャットダウン

2 シャットダウンプロセスの時間を短縮するには、システムの電源を落として、窒素でパージします。73 ページの「窒素パージの使用」を参照してください。

3 シャットダウンログウィンドウにシャットダウンの完了が示されたら、**[System Control]** を終了します。Figure 18, メシャットダウンログ , Ŧ on page 71 を参照してください。

```
09:04:37: Turning Getter OFF.
09:04:37: Turning Damping Gas OFF.
09:04:37: Shutdown: Pump/Heated Zones are shutting down.
09:04:38:    DO NOT PERFORM MAINTENANCE UNTIL SHUTDOWN IS COMPLETE.
09:08:32: Shutdown: Pump is shut down.
09:08:32: Shutdown: Still waiting for Heated Zones to cool to 50 degrees C.
09:08:32:    IF YOU DO NOT WANT TO WAIT FOR THE HEATED ZONES TO COOL,
09:08:32:    SIMPLY EXIT THE SOFTWARE NOW.  HOWEVER, DO NOT PERFORM
09:08:32:    MAINTENANCE UNTIL HEATED ZONES ARE COOL AND POWER IS REMOVED.
09:08:32:    When you vent the system, DO NOT OPEN THE VENT VALVE MORE THAN 1 FULL TURN.
09:08:32:    Then, wait about ten minutes, slightly rotate the transfer line and retract it before removing
09:08:32:    the analyzer assembly.
10:35:17: Shutdown: Heated Zones are Cool.
          Shutdown: Complete.
             PLEASE TURN OFF CIRCUIT BREAKER AT THE BACK OF THE INSTRUMENT AND
             REMOVE POWER PLUG FROM POWER BEFORE PERFORMING MAINTENANCE.
```

図 18 シャットダウンログ

4 フロントパネルのメイン電源スイッチを切って、ターボ分子ポンプ、フォアラインポンプ、すべての電子部品を停止します。

5 240 MS の電源コードを抜きます。

6 フロントパネルのドアを開き、ベントレバーを上げます（図 19）。

警告 **やけどの危険：ベントレバー、CI プランジャ、およびその周辺は、非常に高温になっている可能性があります。**

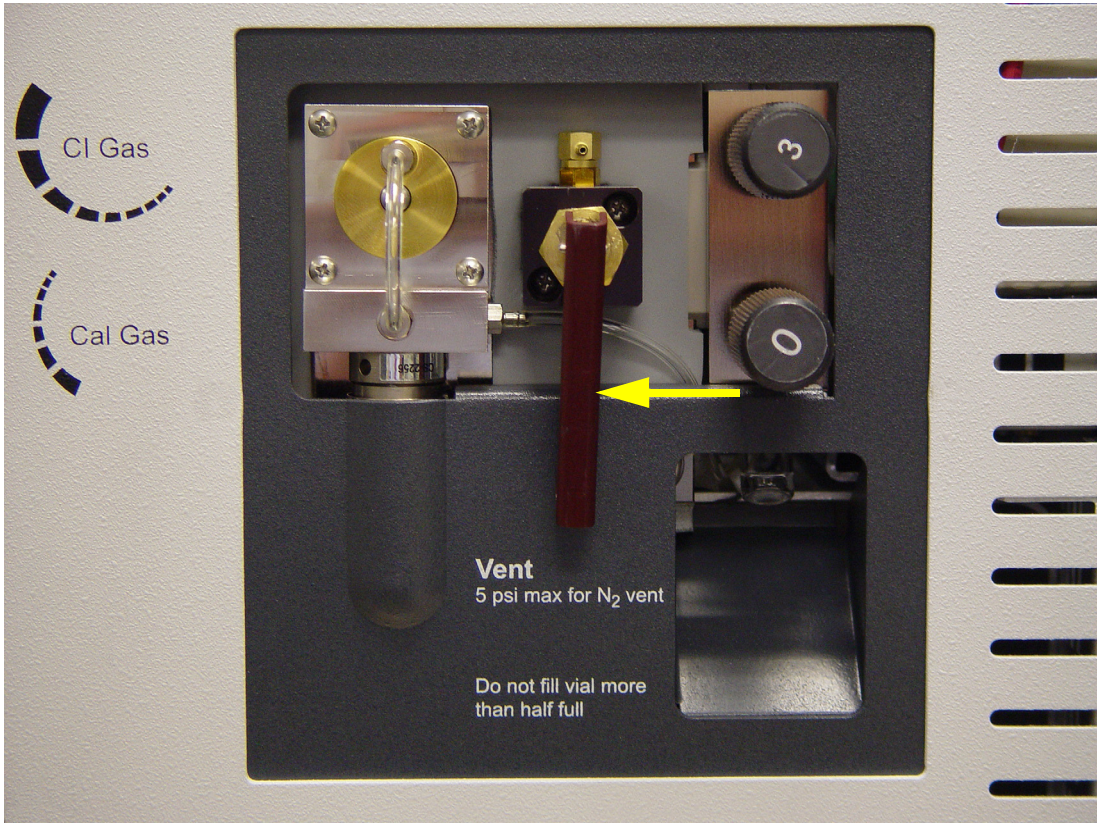


図 19 ベントレバーの位置

7 ターボ分子ポンプの回転音を確認して、完全に停止するまで待ちます。大気圧になるまで、約 10 分間ベントを開いておきます。

8 レバーを押してベントを閉じます。

窒素パージの使用

トラップが途中まで冷却された後で真空マニフォールドを窒素でパージすることにより、シャットダウン時間を短縮できます。

警告　**やけどの危険：分解する前に加熱部を冷却するようにします。**

1 **[System Control]** の **[Startup/Shutdown]** タブの左上隅にある **[Status and Control]** セクションを使用して、MS をシャットダウンします。

2 画面左上隅にある **[Shut Down]** をクリックします。ヒーターがオフになり、ターボポンプの速度がフル速度の 35% まで徐々に低下します。シャットダウンと冷却が完全に終了するまでには数時間かかることがあります。

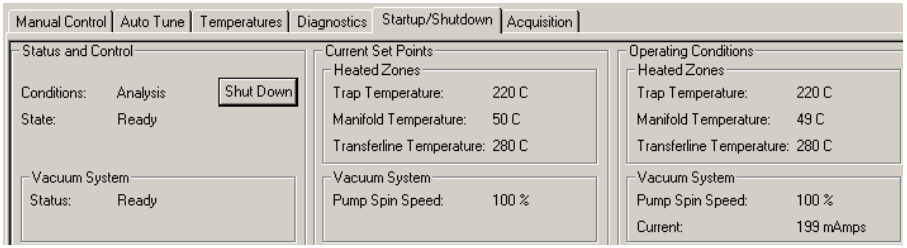


図 20 シャットダウン画面

3 フロントドアを開き、5 psi（35 kPa）以下の窒素供給源とつなげたポリウレタンチューブをベントレバー上部にある逆とげ付きフィッティングにつなぎます（図 21）。

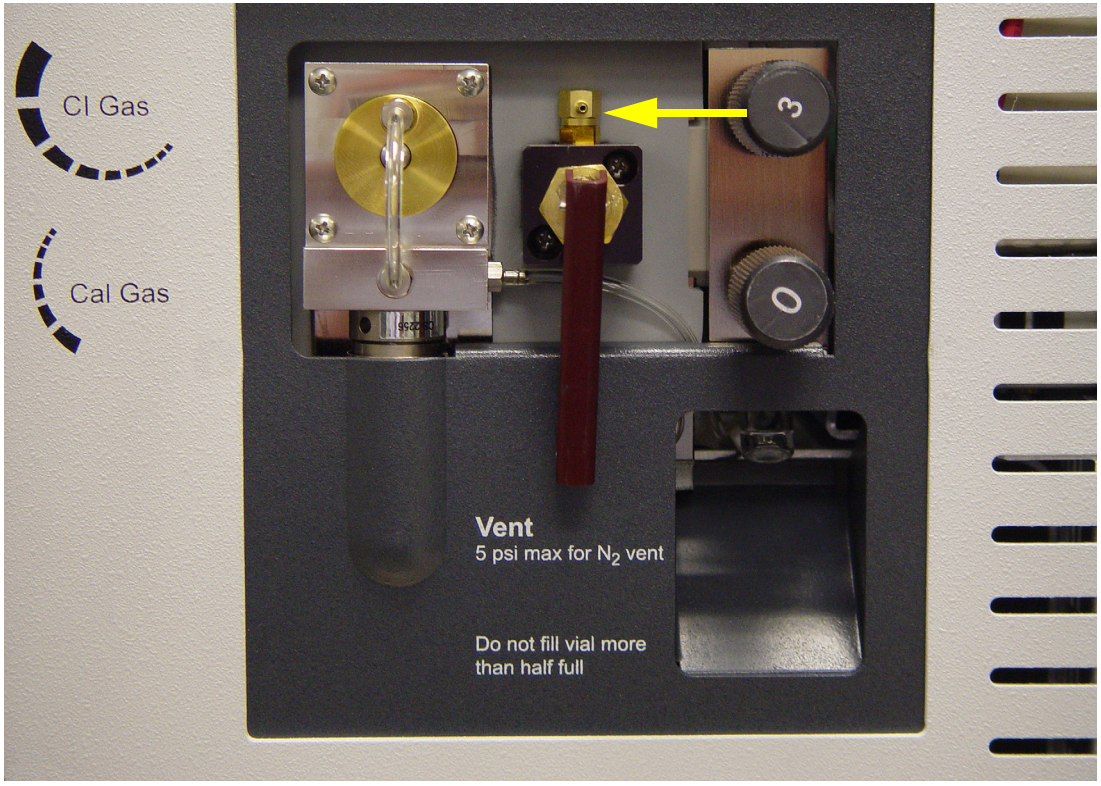


図 21　窒素用逆とげ付きフィッティングの位置

4 ポンプの速度が 35% 未満になり、トラップ温度が 150 ℃に達したら、[System Control] を終了します。

5 フロントパネル下のメイン電源スイッチを切って、ターボ分子ポンプ、フォアラインポンプ、すべての電子部品を停止します。

6 240 MS の電源コードを抜きます。

警告　**高電圧がかかっており危険です。MS の電源コードを必ず抜いてください。**

7 窒素フローをオンにした状態で、ベントレバー（Figure 19 on page 72）を上げてベントバルブを開きます。

8 ターボ分子ポンプの音を聴いて、ポンプの停止を確認します。トラップが冷却するまで 1 時間待ちます。

9 レバーを押し込んでベントを閉じます。

10 窒素ラインを取り外します。

MS を GC から離す

1 オーブン、注入口、GC 加熱インタフェース、および MS トランスファラインの温度を 35 ℃ に設定して、GC の加熱サーフェスを冷却します。GC はオーブンの冷却を機械的に支援するため、GC の電源を切らないでください。カラムの固定相に損傷を与えないよう、カラムが冷却されるまでキャリアガス流量を停止しないでください。

2 GC 前面の電源スイッチを押して GC をオフにします。

3 MS をオフにして外します。70 ページの「MS をオフにする」を参照してください。

警告 **高電圧がかかっており危険です。MS の電源コードを必ず抜いてください。**

4 GC オーブンドアを開きます。キャピラリカラムの MS 端に約 30 cm（12 in）のたるみを設けます。カラムのたるみが自由に動いてカラムラックまたはケージの妨げにならないことを確認します。

5 機器後部のアタッチメントが、MS を GC から 9 インチ（23 cm）離すのに十分な長さを備えていることを確認します。

注意 カラムが絡んだりねじれたりしないよう、MS はごく慎重に GC から離す必要があります。カラム、GC 加熱インターフェイス、MS トランスファラインの軸アライメントを維持できないと、カラムが壊れる可能性があります。

6 MS トランスファラインと GCHI ホールの正しい位置関係を維持しながら MS をゆっくりスライドさせて GC から離し、数インチごとに停止してオーブン

内でカラムが引っかかっていないか確認します。MS は 23 cm（9 in）以内の範囲で GC から離してください。

7 MS トランスファラインをイオントラップから取り外すには、78 ページの「MS トランスファラインの退避」を参照してください。

MS トランスファラインの退避

1 MS トランスファラインの退避または取り外しを行う前に、アナライザアセンブリを完全にベントします。真空状態で MS トランスファラインを退避させるのは困難です。70 ページの「MS をオフにする」を参照してください。

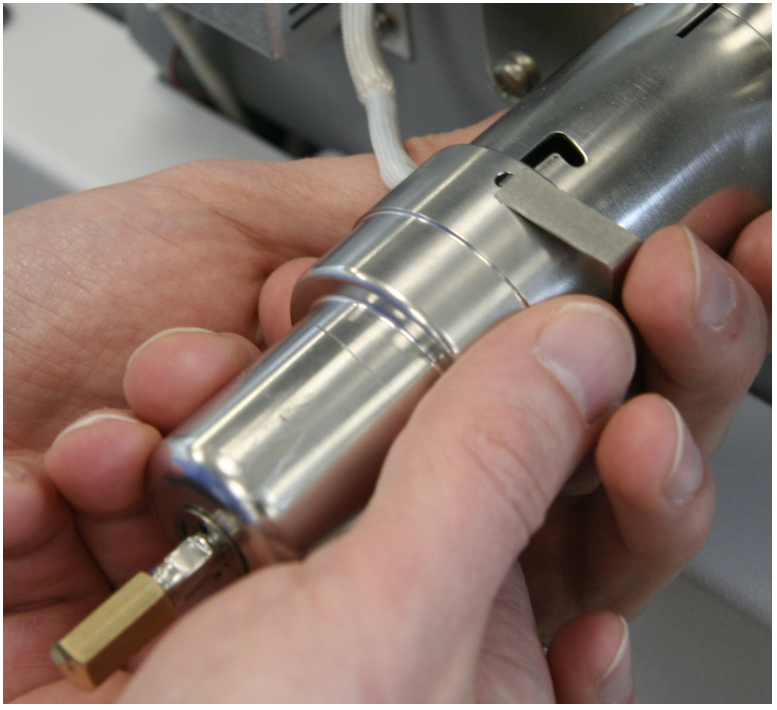


図 22 MS トランスファラインの退避

2 MS トランスファラインが冷却した後、ラインを反時計回りに回しながら引き出して退避させます。必要な場合、わずかに力を入れて、残っている真空

を開放します (図 22)。

- MS トランスファラインが出てこない場合は、もう一度ベントを開き、アナライザが大気圧になっていることを確認します。
- それでも MS トランスファラインの退避が困難な場合は、MS トランスファラインツールまたは 3/16 インチスパナを使用して、MS トランスファラインの端を反時計回りにひねりながら引き出します。

図 23　　スパナの使用（必要な場合のみ）

3 MS トランスファラインを退避させたら、時計回りに回してロックします。

MS トランスファラインの退避が必要なのは、アナライザを取り外す場合のみです。カラムの交換、MS トランスファラインチップの交換、または O リングの検査 / 交換のために、MS トランスファラインをバヨネットマウントから取り外す方法については、80 ページの「MS トランスファラインのバヨネットマウントからの取り外し」を参照してください。

MS トランスファラインのバヨネットマウントからの取り外し

警告 **高電圧がかかっており危険です。MS の電源コードを必ず抜いてください。**

1. MS トランスファラインが退避されていることを確認します。78 ページの「MS トランスファラインの退避」を参照してください。
2. MS が外されていることを確認してください。
3. 両側をつかんで持ち上げながら MS の上部カバーを取り外します。
4. 機器の上部に近い位置にあるトラップヒーターハーネスを外します。
5. バヨネットマウント内のバヨネットマウントスロットからノーズクリップの両側をゆっくり引き離して、ノーズクリップを取り外します。
6. アセンブリ全体が MS トランスファラインのバヨネットマウントシェルから解放されるまで、ノーズをアナライザから引き離します。

   カラムが MS トランスファラインに接続されている場合は、十分に注意してください。

アナライザアセンブリの取り外し

1　77 ページの「MS を GC から離す」を実行します。

2　MS トランスファラインを退避させます。78 ページの「MS トランスファラインの退避」を参照してください。

3　MS からトップカバーを外します。

警告　**感電の危険：カバーを外すと、危険な電圧が露出します。電源コードを抜きます。**

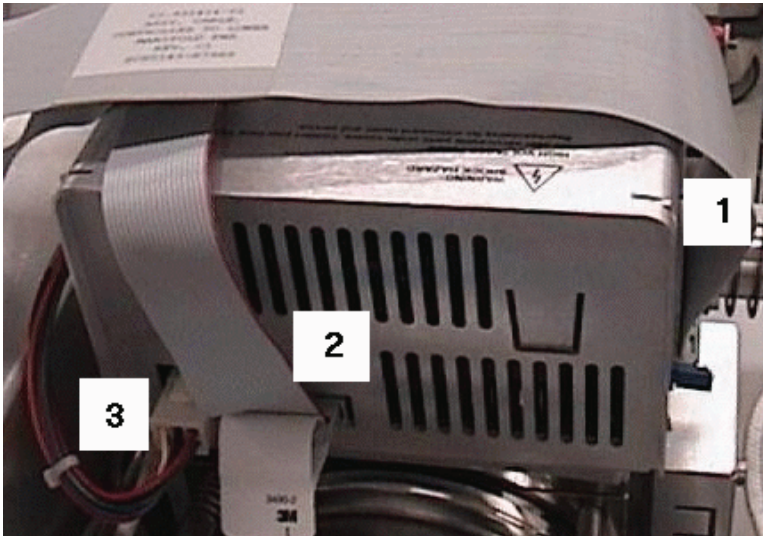


図 24　ケーブルの取り外し

4 リリースタブを押して外し、コントローラとマニフォールドの間のケーブル（1）を取り外します。図 24 を参照してください。

5 白いプルタブを引っぱって、マニフォールドレンズケーブル（2）を取り外します。

6 ロッキングコネクタを押し下げて引き出し、マニフォールド電源ケーブル（3）を取り外します。

注意 チップの損傷を防ぐため、MS トランスファラインが完全に退避され、ロックされていることを確認します。

7 アナライザアセンブリを持ち上げてマニフォールドから取り出し、上下を逆にして作業台の上に置きます。

8 ゴミや埃が機器に侵入するのを防ぐため、マニフォールドの開口部をキムワイプなどのローリント材料で覆います。

9 マニフォールドのカバーが外れているので、以降の手順では、清浄な工具を使用し、粉末の出ない手袋を着用します。

イオン源とトラップアセンブリの取り外し

1 アナライザを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。

2 親指と人差指で各コネクタをそっと揺すって、外部イオン源または内部イオン化アセンブリから取り外します。同時に、コネクタをピンから引き抜きます。内部イオン化の場合、内部イオン源フィラメントアダプタはフレックスケーブルに付けたままにしておきます。必要な場合、コネクタを取り外すのにピンセットまたはラジオペンチを使用します (図 25)。

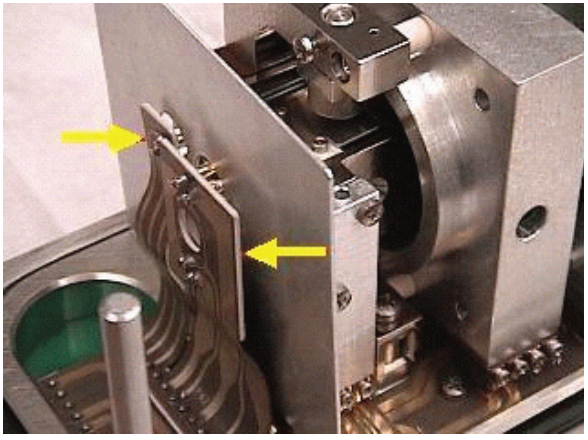


図 25 コネクタの取り外し

3 熱シールドを固定している 2 本のネジを緩め、シールドをスライドさせてイオン源から離すか、取り外します (図 26)。

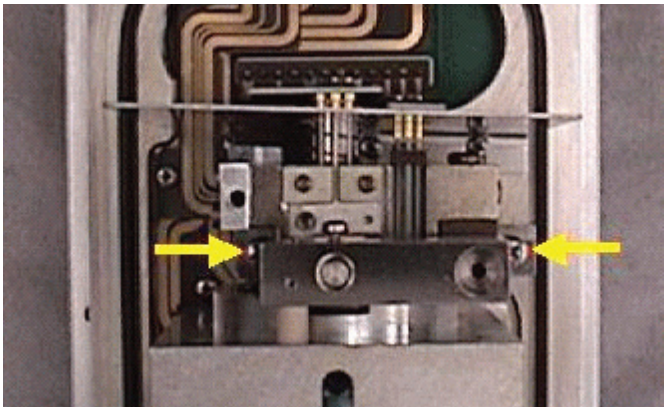


図 26 熱シールドの取り外し

4 トラップアセンブリをトップフランジに止めている 2 本のネジを緩めます。

5 アセンブリを持ち上げて取り出し、イオン源を上にして付属のホルダの上（イオントラップのサービスの場合）またはローリントティッシュの上に置きます。

注意 アセンブリをヒーターコネクタまたはイオン源ピンの上に置かないでください。

イオン源とトラップアセンブリの取り付け

1 すべての接続フィンガーが同じ位置に揃っていることを確認します。大きく曲がっているフィンガーがある場合、他のフィンガーと揃うように直します。

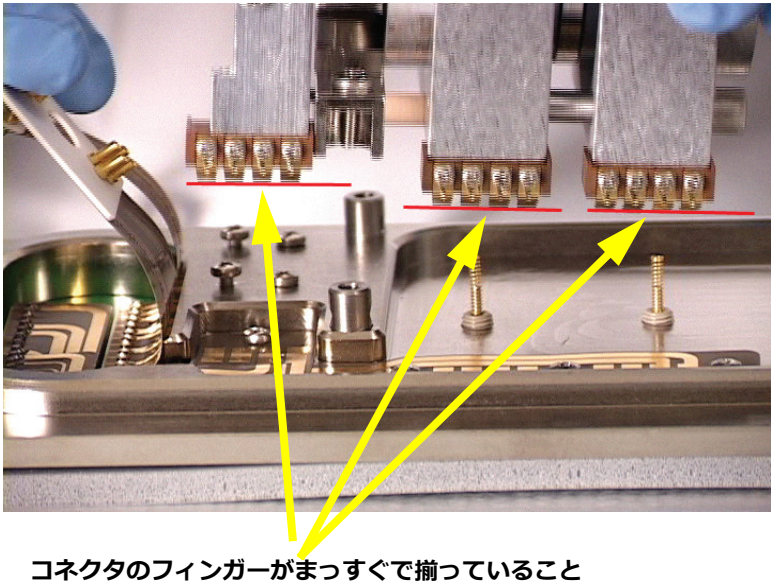


図 27　　イオン源コネクタの状態を確認します。

2 イオン源アセンブリを、コネクタフィンガーを下にして、アナライザフランジの上に置きます (図 27)。

3 フランジの 2 つのネジ穴をイオン源アセンブリのネジと合わせ（図 28）、2 本のネジを均等に締めます (図 28)。

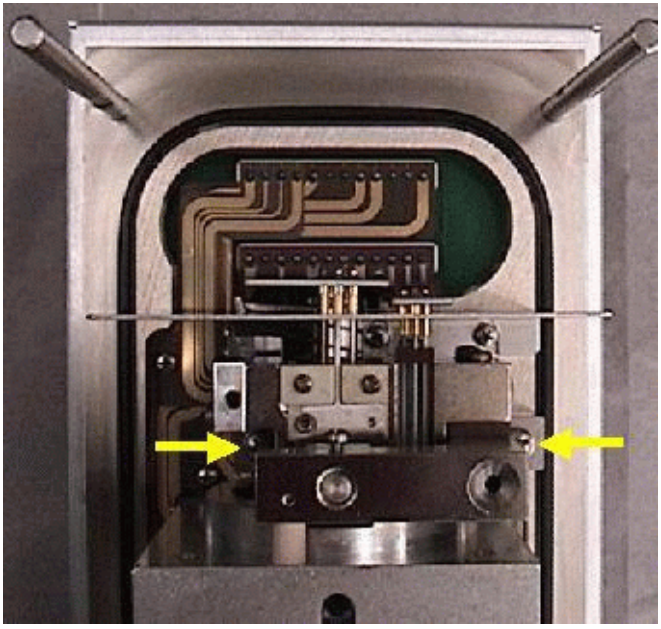
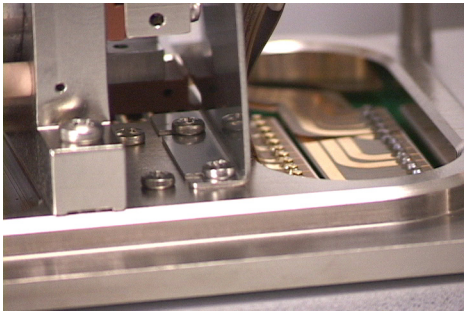


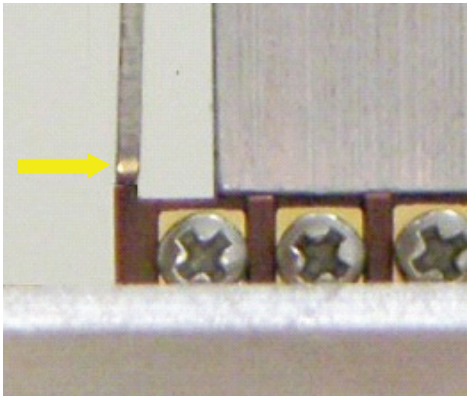
図 28 イオン源固定ネジの位置

4 熱シールドを元に戻し、シールドをフランジに固定している 2 本のネジを締めます。Figure 29 on page 87 を参照してください。

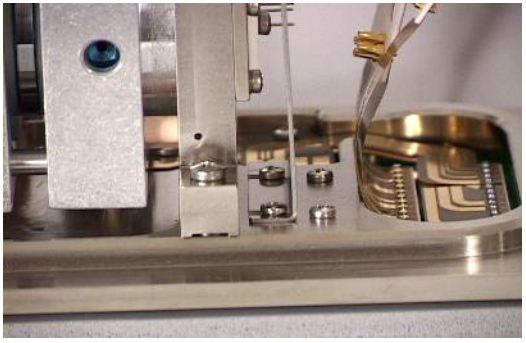
- **外部イオン化** : シールドは背面側のネジの組で留められている必要があります。シールドは図のようにイオン源ヒーターブロックの隆起上に存在する必要があります。
- **内部イオン化** : ネジはイオン源の中央部分に近いものを使用します。使用しないシールド位置の 2 本のネジも締まっていることを確認します。



外部イオン化の場合の加熱シールド位置



シールドとヒーターブロックの位置合わせ



内部イオン化の場合の加熱シールド位置

図 29　加熱シールドの位置

5 コネクタアタッチメントをイオン源アセンブリのピンに合わせ、揃っていないピンがあればピンセットでまっすぐにします。(図 30)

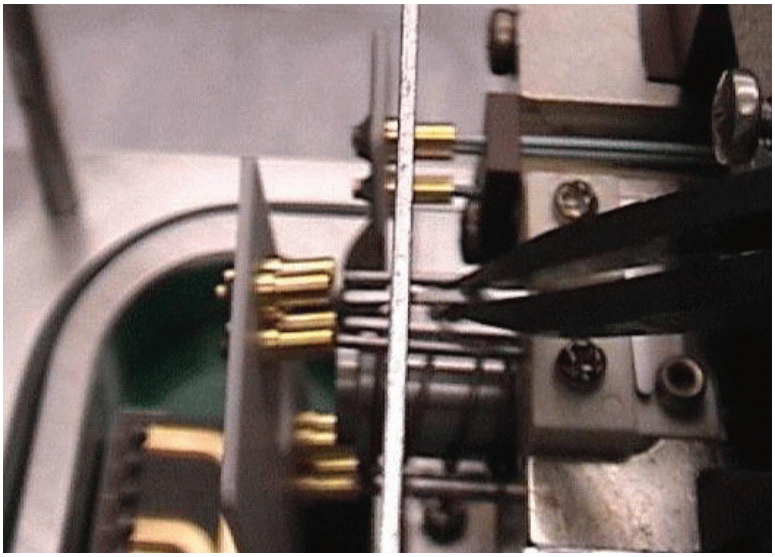


図 30 コネクタの位置合わせ

6 コネクタアタッチメントをイオン源ピンに押し込みます。図 31 および図 32 を参照してください。

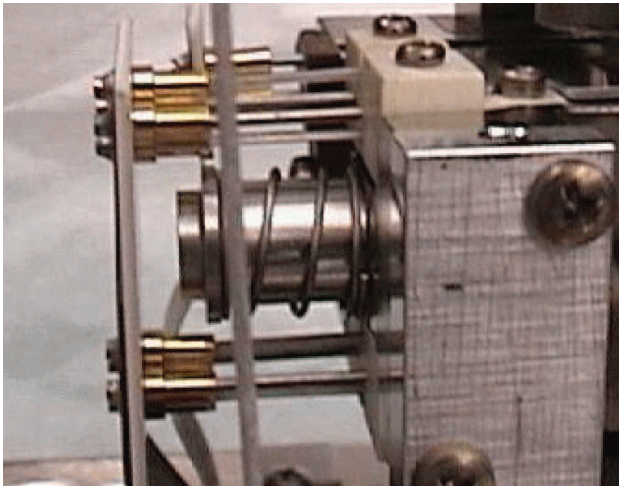


図 31　外部イオン源接続

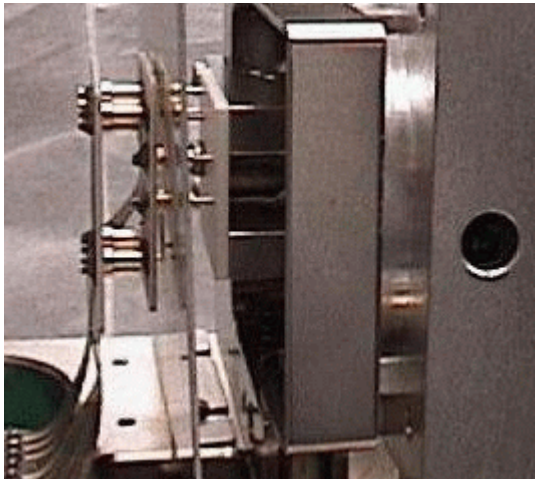


図 32　内部イオン源接続

アナライザアセンブリの取り付け

1 アナライザを取り付ける前に、マニフォールド内部とアナライザアセンブリに粒子がないかどうか確認します。必要なら、フィルタを通した清浄な圧縮不活性ガスで粒子を吹き飛ばします。

2 上部フランジの O リングに粒子が付いていないかどうか検査し、必要なら清掃します。(図 33)

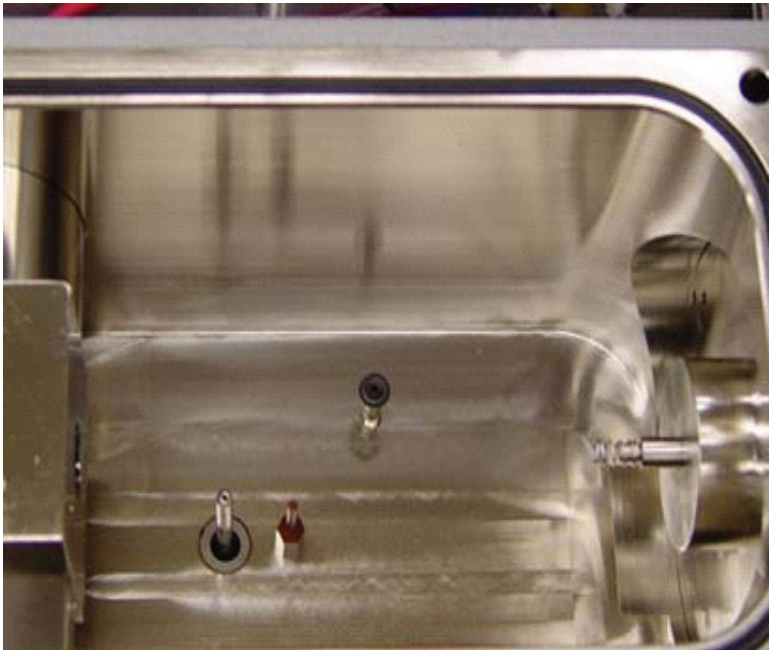


図 33 上部フランジの検査

3 マニフォールド下部から突き出している 3 本のチューブがまっすぐかどうかを確認します。20 ° 以上曲がっているか損傷しているチューブがあれば、交換します。

4 外部イオン化モードの場合、プラグが外部イオン源から取り外されていることを確認します。

注意

ハイブリッドイオン化モード用に接続された MS トランスファラインを外部イオン源に挿入しようとすると、MS トランスファラインアセンブリを損傷するおそれがあります。

5 MS トランスファラインがアナライザから退避されているか取り外されていることを確認します。

6 アナライザアセンブリの 4 つの金属ロッドをマニフォールドの 4 つの穴に合わせ、アナライザをマニフォールド内にスライドさせます。アナライザを取り付ける際に、マニフォールドとバルクヘッドの間のワイヤハーネスとニューマティックラインが折れ曲がらないように注意します。(図 34)

図 34　アナライザアセンブリの取り付け

7 以下のケーブルをアナライザに取り付けます。Figure 35 on page 92 を参照してください。

- コントローラからマニフォールドへのケーブル（1）
- マニフォールドレンズケーブル（2）
- マニフォールド電源ケーブル（3）

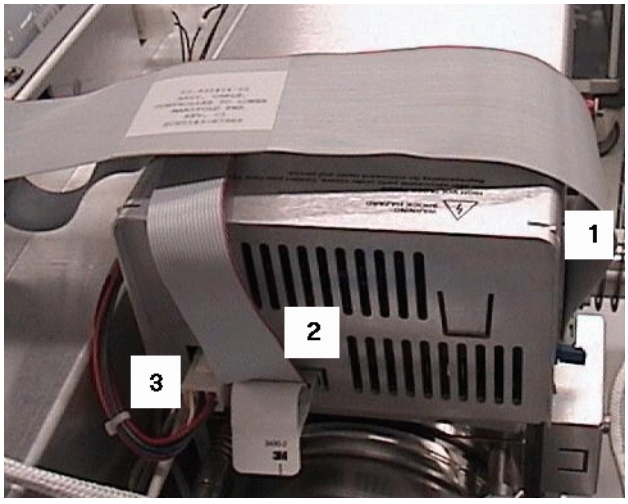


図 35 アナライザケーブルの位置

注意 MS トランスファラインアセンブリの損傷を避けるため、アセンブリをマニフォールドの方にゆっくりと押し、全体がマニフォールドに収まることを確認します。

8 MS トランスファラインをマニフォールドに挿入します, 図 36を参照してください。抵抗を感じた場合は、MS トランスファラインを取り出して、先端を確認します。曲がっている場合、まっすぐにするか交換します。外部モードの場合、ハイブリッドモード用プラグが付いていないことを確認します。

9 アセンブリを時計回りに回して固定します。

10 ロッキングクリップをバヨネットに取り付けます。

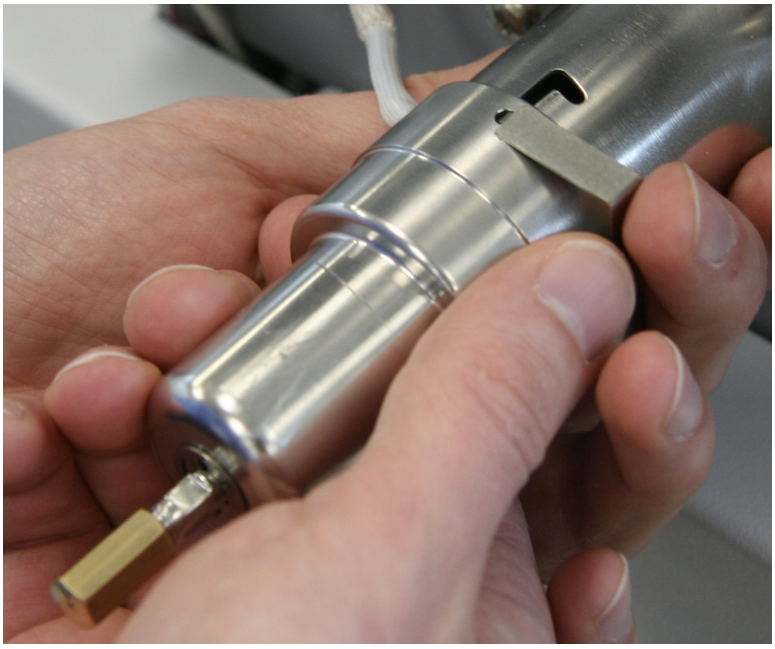


図 36　MS トランスファラインの取り付け

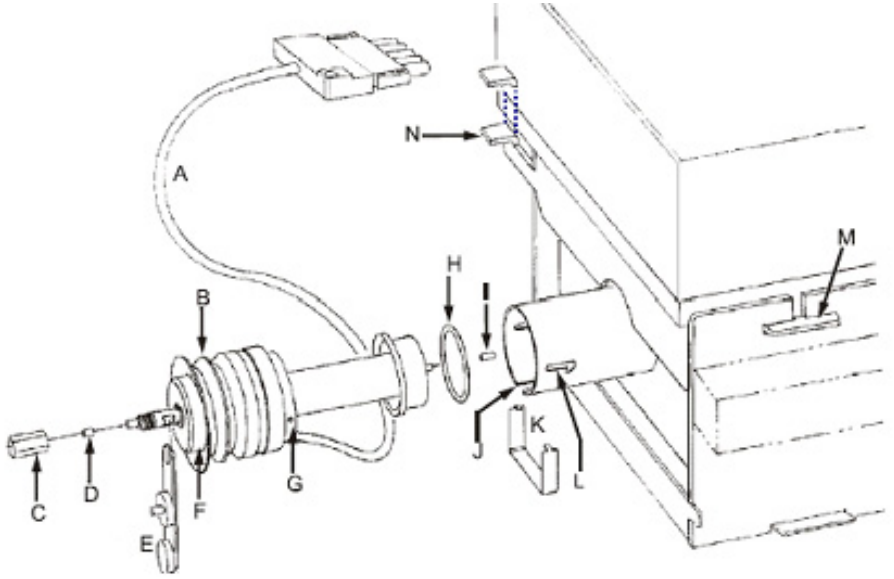
GC に対して正しい位置に MS を移動する

GC をオフにして冷却し、カラムを MS トランスファラインに取り付けた状態でこの手順を開始します。MS トランスファラインは、イオントラップのバヨネットマウントに挿入しません。

MS トランスファラインをバヨネットマウントに取り付けるには

1 イオントラップの左側を GC の右側から約 12 インチ（30 cm）離した状態で、GC 加熱インターフェイスの軸と、イオントラップ内のバヨネットマウントの軸を位置合わせします。

2 O リング（H）に汚れがなく、粒子が付着していないことを確認します。



3 カラムが取り付けられた MS トランスファラインを片手で持ち、MS トランスファラインの軸と GC 加熱インターフェイスの軸が水平に揃うまで、カラムをゆっくり GC 加熱インターフェイスへ戻します。

4 加熱ケーブル（A）がシェルスロット（J）に収まるようにアセンブリの方向を調整し、MS トランスファラインアセンブリを MS トランスファラインシェルに挿入します。

5 ノーズ（F）を回転させて、ノーズホール（G）とシェル内のバヨネットマウントスロット（L）の位置が揃うようにします。

6 ノーズクリップ（K）を取り付けます。

7 MS トランスファラインヒーターケーブル（A）を、MS 上のケーブルコネクタ J63 に接続します。

8 カバーを MS に取り付けます。

MS を GC に向かって移動するには

1 MS トランスファラインのノーズを押してアナライザ内に挿入し、時計回りに回してロックします。

2 MS を GC の方へやさしく押して、MS トランスファラインインターフェイスナットと GC 右側パネル内の GCHI ホールの軸方向が揃うようにします。MS トランスファラインが GCHI にぴったり合うまで作業を続けます。後部のニューマティックラインが損傷しないよう注意してください。

3 MS トランスファラインが GC 加熱インタフェースの側壁出口にあるテーパー付きの白いブッシングに完全にはまっていれば、MS は正しい位置にあります。

4 余分なカラムをカラムバスケットの周りに巻いて、そのカラムがオーブンの壁に接触しないことを確認します。

MS をオンにする

1 MS 前部のベントが閉じている（レバーが下りている）ことを確認します。

図 37 ベントバルブの位置

2 すべてのケーブルが差し込まれていることを確認します。

3 GC からのカラムが正しく取り付けられ、MS トランスファラインが動作位置にロックされ、GC が動作していることを確認します。

4 MS 電源ケーブルを機器の背面に差し込みます。

5 フロントパネル下の電源スイッチを ON 位置にします。フォアラインポンプがオンになり、約 10 秒から 20 秒後にガラガラ音が停止します。ポンプのガラガラ音が止まらない場合は、アナライザアセンブリがマニフォールドに正しく取り付けられている（隙間がない）ことを確認します。

6 **[System Control]** を開きます。

7 **[System Control]** の **[Startup/Shutdown]** タブをクリックします。

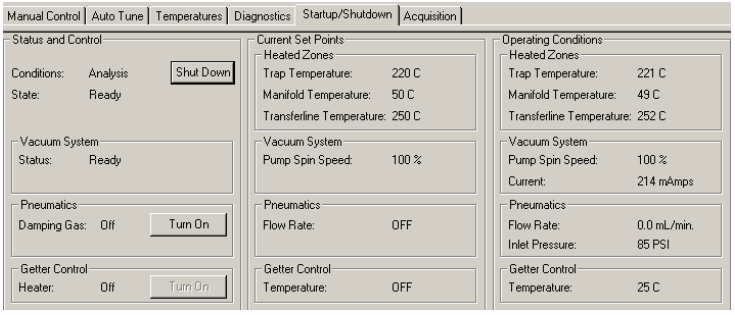


図 38　[Startup/Shutdown] 画面

8 98 ページの「真空状態の確認」を実行します。

9 外部モードまたはハイブリッドモードの場合、**[Startup/Shutdown]** タブの左下にあるボタンを使用して、ダンピングガスとゲッターヒーターをオンにします。

10 100 ページの「MS の焼き出し」を実行します。

11 100 ページの「イオントラップの動作チェック」を実行します。

真空状態の確認

1 **[System Control]** の **[Diagnostics]** タブをクリックします。

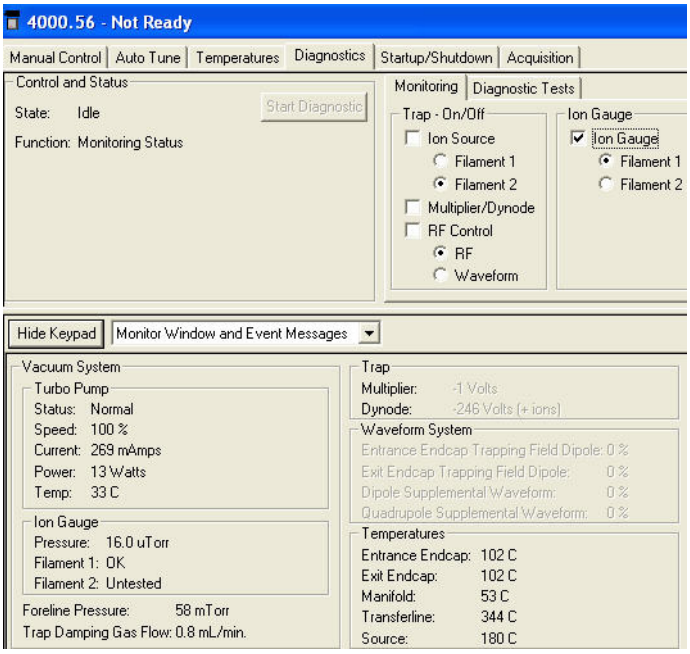


図 39 診断画面

2 真空測定値は、真空排気の後および動作中の MS の状態に関する情報を示します。

表 3　内部イオン化の標準的な動作範囲

速度	100%
電流	200 ～ 500 mA
電力	9 ～ 13 ワット
イオンゲージ圧力	< 20 µTorr
フォアラインライン	< 50 µTorr

3 ポンプ回転速度が安定的に増加しない場合は、リークがある可能性があります。ターボ速度が 100% より小さい場合は、大きなリークがある可能性があります。ターボ速度が 100% に達した後で、ポンプ電流またはイオンゲージ圧力が増加する場合は、小さいリークが存在する可能性があります（『240 GC/MS 操作マニュアル』（文書番号 391499900）の「診断モード」のセクションを参照）。小さいリークの場所を発見するには、内部または外部サービスメソッドの leak check セクションを使用します。

MS の焼き出し

システムのベント後には、焼き出しを行って、真空マニフォールド中の水分や混入物を除去します。

警告 **やけどの危険：ベントレバー、CI プランジャ、およびその周辺は、特に焼き出し中は、非常に高温になっている可能性があります。十分に注意してください。**

1 **[System Control]** を開いて、**[Temperatures]** タブをクリックします。
2 **[Bakeout]** を選択し、2 ～ 6 時間の焼き出し時間を入力します。
3 以下の温度を使用します。
   - トラップ：220 ℃ または分析温度より 10 ℃ 上
   - MS トランスファライン：280 ℃
   - マニフォールド：120 ℃
   - イオン源：220 ℃
4 **[Start Bakeout]** をクリックします。

イオントラップの動作チェック

1 焼き出しが完了したら、トラップ内の分析温度を再設定して少なくとも 2 時間待って、熱平衡状態にします。マニフォールド温度は 50 ℃ 以下にする必要があります。
2 オートチューニングを実行します。
3 **[Manual Control]** ページを開き、C:\AgilentWS\4000MSservice\240-MS Int（または Ext）Service.mth ファイルを起動します。
4 以下のように、メソッドの 2 番目のセグメントを使用して、バックグラウンドを確認します。イオントラップをオンにします。イオン化時間は 20,000 sec より長い必要があります。イオン化時間が 20,000 sec より短い場合、トラップの焼き出しを続けるか、GC の混入物をチェックします。

外部イオン源フィラメントの交換

- 70 ページの「MS をオフにする」を実行します。
- 81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を実行します。
- 83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を実行します。

警告　**感電の危険：危険な高電圧に注意してください。電源コードを抜きます。**

注意　フィラメントのネジを外す際に、セラミック屑がイオントラップに入り込まないように注意します。屑が入った場合は、清浄な圧縮ガスで吹き飛ばします。

フィラメントアセンブリの取り外し

1 イオン源 / イオントラップアセンブリを、フィラメントネジが水平の状態で、ローリントティッシュの上に置きます。セラミック屑がイオントラップに落ちるのを避けるため、イオントラップを端を下にして立てないでください。

2 2 本のプラスネジを外します (図 40)。

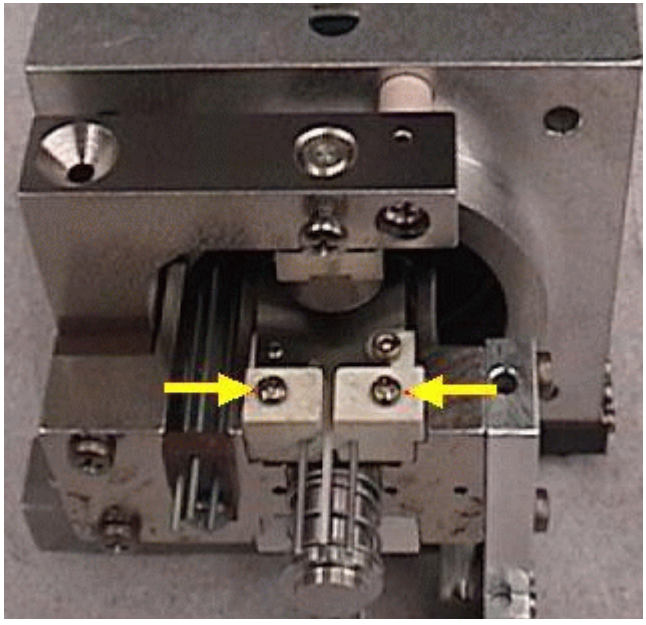


図 40 ネジの位置

3 フィラメントアセンブリを慎重に持ち上げてイオン源ホルダから取り出します。

4 磁石上の金属ディスク（部品番号 393176101）の変色とカーボン付着を検査します。ディスクが汚れている場合は、ディスクをスライドさせて外し、新しいディスクを磁石上に取り付けます。

5 アセンブリを裏返して、もう 1 組のフィラメントと磁石ディスクに対しても同じ手順を実行します。

新しいフィラメントアセンブリの取り付け

1 新しいフィラメントを、ノッチ付きの側を下にして、イオン源ホルダ内に入れます。フィラメントがしっかりと固定されていることを確認します（図 41）。

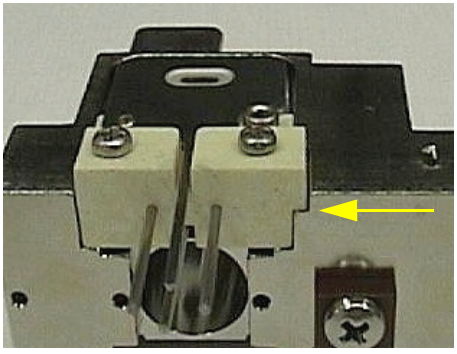


図 41　フィラメントアセンブリの取り付け

2 2 本のネジをネジ穴に入れ、均等に締めます。締めすぎないように注意します。

3 アセンブリを裏返して、もう 1 つのフィラメントに対しても同じ手順を実行します。

注意

新しいフィラメントは、最初の数日間の動作の間にコンディショニングされます。フィラメントのチューニングが安定するまでの最初の数日間の動作の間は、フィラメントのチューニングを毎日確認するようにします。

- 85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を実行します。
- 90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を実行します。
- 96 ページの「MS をオンにする」を実行します。

フィラメントのコンディショニング

1. 電子レンズ電圧のオートチューニングを 3 回実行します。
2. **External_Filament_Conditioning.mth** メソッドを実行して、フィラメントの電源をオン / オフします。
3. オートチューニングをさらに 2 回実行します。これでフィラメントの準備ができました。
4. その後 2 ～ 3 日の間は、必要に応じてレンズ電圧を調整します。診断ページのイオン源インジケータを確認します。イオン源の偏差が 2 µA よりも大きい場合、フィラメントのチューニングがずれている可能性があります。

内部イオン源フィラメントの交換

- 70 ページの「MS をオフにする」を実行します。
- 81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を実行します。
- 83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を実行します。

警告　**感電の危険：危険な高電圧に注意してください。電源コードを抜きます。**

古いフィラメントアセンブリの取り外し

1　フィラメント固定ネジを外し、ローリントティッシュの上に置きます。

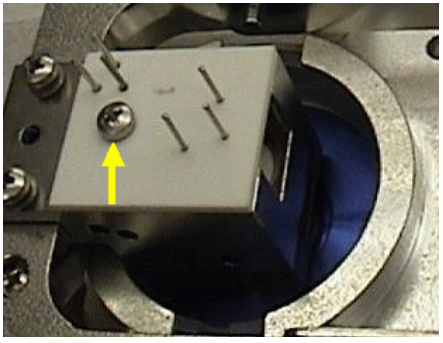


図 42　フィラメントアセンブリの取り外し 1

2 セラミックプレートを持ち上げて、フィラメントアセンブリを取り外します。

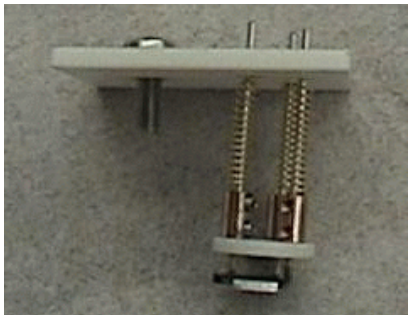


図 43 フィラメントアセンブリの取り外し 2

新しいフィラメントアセンブリの取り付け

1 スプリングを新しいフィラメントアセンブリに付け替えます。
2 アセンブリをフィラメントブロック内に入れます。
3 突き出しているピンの上にセラミックプレートを元どおりに取り付けます。

図 44 セラミックプレートの取り付け

4 フィラメントアセンブリがフィラメントブロック内に平らに置かれていることを確認します。
5 固定ネジを取り付けて締めます。
   - 85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を実行します。
   - 90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を実行します。

- 96 ページの「MS をオンにする」を実行します。

電子増倍管（EM）の交換

1 70 ページの「MS をオフにする」を実行します。
2 81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を実行します。

警告 **感電の危険：危険な高電圧に注意してください。電源コードを抜きます。**

古い EM の取り外し

1 EM のカバーを固定している 2 本のネジを取り外します。

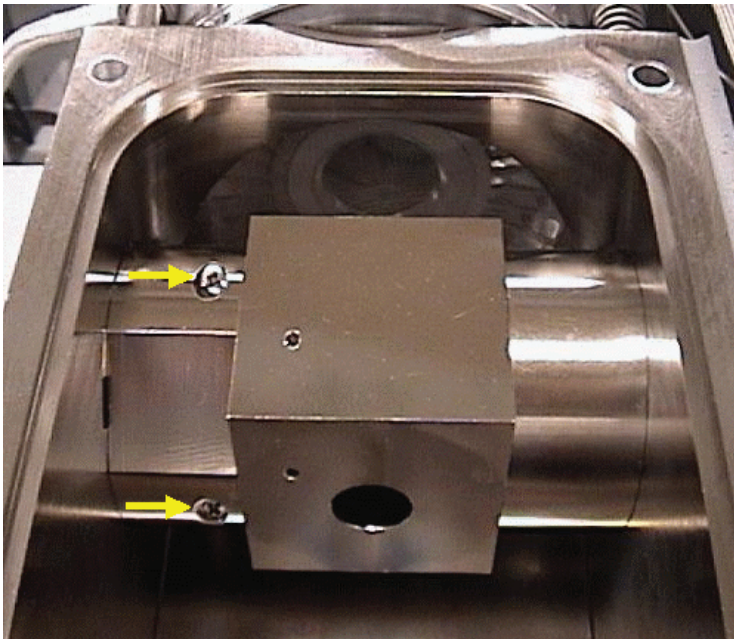


図 45 カバーネジの位置

2 カバーの四角い部分をつかんでまっすぐ持ち上げます。
3 カバーをローリントティッシュの上に置きます。
4 2 本の EM リテーナネジを 1 回転分緩めます。

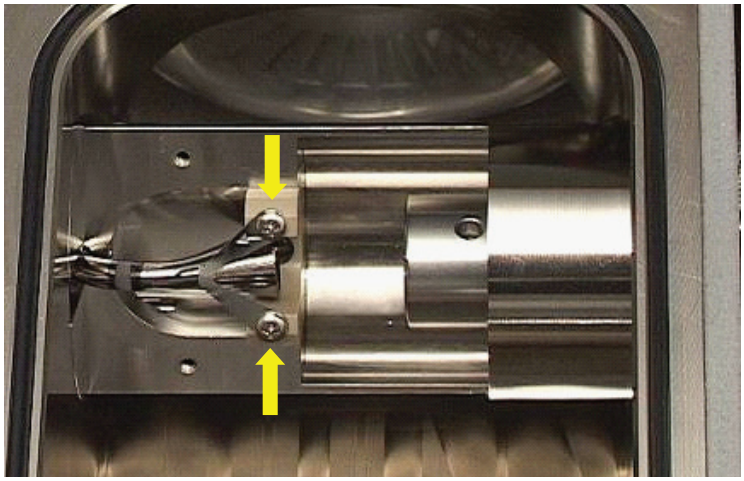


図 46　EM リテーナネジの位置

5 リテーナブラケットが矢印の方向に垂れ下がったら、EM を取り外します。

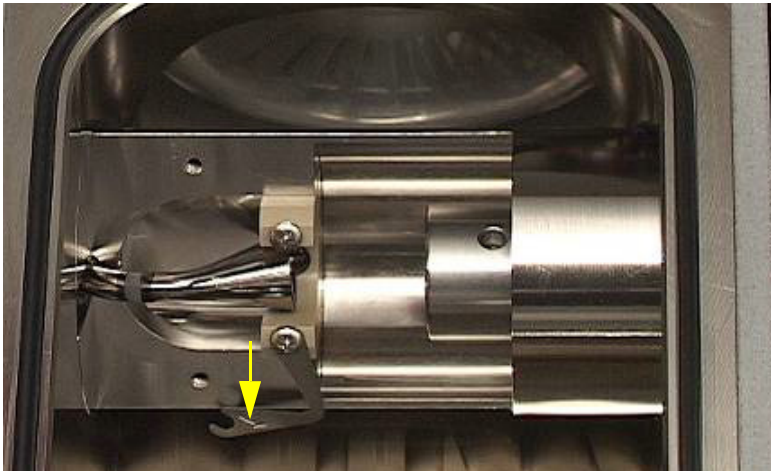


図 47 EM の取り外し

新しい EM の取り付け

1 EM をホルダに入れます。

2 下側と左側に押し付けて、ホルダ底部のクリップに EM をしっかりとはめ込みます。クリップがしっかりとはまっていないと、パフォーマンスが低下します。ホーンはプラスチック製ホルダの中心線の近くにある必要があります。

3 保持ブラケットを元の位置に戻し、下部のネジを締めます。

4 上部のネジを締めます。

5 EM の位置を確認します。保持ブラケットの下部の中央にある必要があります。EM カバーのノッチと EM ののど部分の位置が揃っていることを確認します。

6 粒子を除去します。

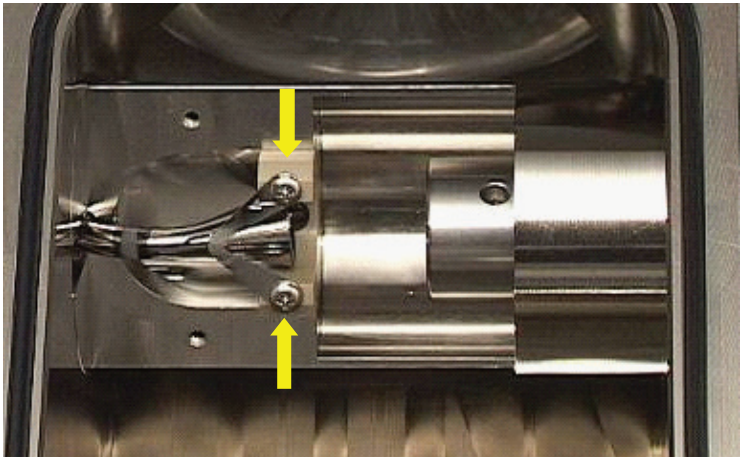


図 48　　粒子の除去

7 カバーを元の位置に押し込みます。しっかりとはめ込みます。

8 2 本のネジを元どおりに取り付けて締めます。

9 90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を実行します。

10 96 ページの「MS をオンにする」を実行します。

ダンピングガスゲッターの交換

ダンピングガスラインのゲッターは、ダンピングガスとして供給されるヘリウムから水分や混入物を除去する働きをします。交換の頻度は、分析するサンプル数と、含まれる水分やその他の混入物の量によって異なります。交換キット（部品番号 393112491）に詳細な説明が記載されています。

ターボ分子ポンプの交換

ターボ分子ポンプ交換キット（部品番号 393111991）には、ポンプ交換の詳細な手順が記載されています。

工具

- プラスドライバ
- L 字型 6 mm アレンスパナ（240 MS シッピングキットに付属）
- スクリーンピック（240 MS シッピングキットに付属）

警告 **感電の危険：危険な高電圧に注意してください。電源コードを抜きます。**

1. 70 ページの「MS をオフにする」を実行します。
2. ターボ交換キットに記載された交換手順を実行します。
3. 96 ページの「MS をオンにする」を実行します。**[System Control]** は開始しません。ターボ分子ポンプにソフトスタートコンディショニングプロセスを 30 分間実行させます。
4. **[System Control]** を開始し、必要なら **[Startup/Shutdown]** ページに移動します。
5. 96 ページの「MS をオンにする」を実行します。
6. 100 ページの「MS の焼き出し」を実行します。

キャリブレーション用ガスバイアルの充填

キャリブレーション化合物は、パーフロロトリブチルアミン（PFTBA）という化合物で、化学式は $C_{12}F_{27}N$ です。これは FC-43（フルオロカーボン -43）とも呼ばれます。

キャリブレーション用ガスバイアルを充填する前に、真空システムをベントしないでください。キャリブレーション用ガスニードルバルブを時計回りに回して閉めます。

1. プラスドライバを使用して、2 本の固定ネジをそれぞれ 2 ～ 3 回転させて緩めます。
2. ニューマティックマニフォールドからはずれるまで、ややねじるようにしてキャリブレーション用ガスバイアルをゆっくり引き下げます。
3. パスツールピペットを使用して、PFTBA 化合物（部品番号 392035300）をバイアルの半分より少し下まで充填します（ 図 49)。多く充填しすぎると、キャリブレーション用ガス流量が安定しなくなるため注意してください。
4. 残りの PFTBA を、キットに付属するキャップ付き予備バイアル（部品番号 0393111201）または 2 mL のオートサンプラバイアルに保管します。
5. バイアルを縦に持ち、バイアルをマニフォールド上のキャリブレーション用ガスポートにややねじるようにしながら慎重に押し込みます。

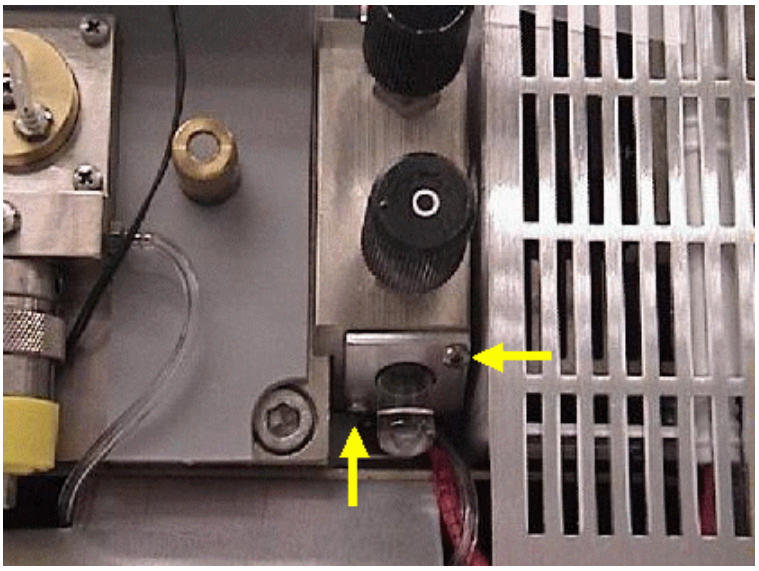


図 49 バイアル固定ネジ

6 バイアルを完全に押し込んだら、固定ネジを締めます。

7 キャリブレーション用ガスニードルバルブを反時計回りに 10 回転させて開きます。余剰なキャリブレーション用ガスと水蒸気を放出するため、ニードルバルブを 30 分以上開いたままにします。

8 **[Manual Control]** で **[Checks and Adjustments]** タブを開き、**[Cal Gas Adjustment]** を選択し、**[Start]** をクリックします。

9 インジケータバーが画面中央付近の **[OK]** 領域に入るように、キャリブレーション用ガス圧を調整します (図 50)。

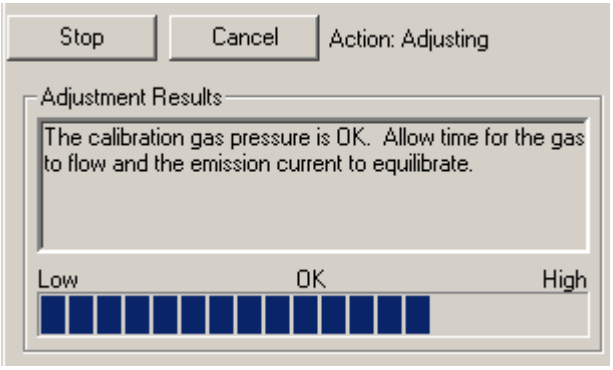


図 50　圧力の調整

イオン化時間に影響するその他の調整としては、マルチプライアゲイン、フィラメント電流、バックグラウンドレベルがあります。

イオン化モードの変更

イオン化モードを変更するには、現在のイオン化モードのハードウェア構成を、別のイオン化モードに必要な新しいハードウェア構成に変更する必要があります。

MS ワークステーションが起動されると、システムコントロールモジュールが、前回実行時のハードウェア構成と現在のハードウェア構成とを比較します。MS 電子部品は、取り付けられているイオン源のタイプと、MS トランスファラインスイッチの位置を検出します。取り付けられているイオン源とスイッチ位置の組み合わせによって、イオン化モードが判定され、MSWS に報告されます。

MSWS は、イオン化モード構成が変更されたと判断すると、そのモードに必要なパラメータを表示するようにモジュールを設定します。さらに、判定されたイオン化モード用のデフォルトのメソッドがロードされます。

以下の各セクションでは、現在のイオン化モードから必要なモードへハードウェアを変更するための手順を紹介します。

内部イオン化モードのハードウェア構成

内部イオン源が取り付けられ、カラム溶出ガスはイオントラップに直接入ります。MS トランスファラインスイッチ位置は Internal に設定されています。詳細については、『Agilent 240 GC/MS イオントラップ内部イオン化ユーザーマニュアル』を参照してください。

外部イオン化モードのハードウェア構成

外部イオン源が取り付けられ、カラム溶出ガスは外部イオン源に入ります。MS トランスファラインスイッチ位置は External に設定されています。詳細については、『Agilent 240 GC/MS イオントラップ外部イオン化ユーザーマニュアル』を参照してください。

ハイブリッドイオン化モードのハードウェア構成

外部イオン源が取り付けられ、カラム溶出ガスはイオントラップに直接入ります。外部イオン化に使用される外部イオントラップのポートをブロックするためのプラグが必要です。MS トランスファラインスイッチ位置は Internal に設定されています。詳細については、『Agilent 240 GC/MS イオントラップハイブリッドイオン化ユーザーマニュアル』を参照してください。

内部モードから外部モードへの変更

外部イオン化モードに変更するには、外部イオン源を取り付け、MS トランスファライン位置スイッチを External に設定し、外部 MS トランスファラインチップを取り付け、MS トランスファラインの位置を外部イオン源に入るように変更する必要があります。

手順

1 アナライザを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。

2 イオン源とトラップアセンブリを取り外します。83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を参照してください。

3 内部イオン源を取り外し、外部イオン源を取り付けます。122 ページの「外部イオン源と内部イオン源の切り替え」を参照してください。

4 イオン源とトラップアセンブリを取り付けます。85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を参照してください。

5 MS トランスファラインの位置を変更して、イオントラップに入る位置から外部イオン源に入る位置にします。127 ページの「外部イオン化用の MS ト

ランスファラインの設定」を参照してください。

6 アナライザを取り付けます。90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を参照してください。

7 MS を GC に向かって移動します。95 ページの「MS を GC に向かって移動するには」を参照してください。

外部モードから内部モードへの変更

内部イオン化モードに変更するには、内部イオン源を取り付け、MS トランスファライン位置スイッチを Internal に設定し、内部 MS トランスファラインチップを取り付け、MS トランスファラインの位置をイオントラップに入るように変更する必要があります。

手順

1 アナライザを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。

2 イオン源とトラップアセンブリを取り外します。83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を参照してください。

3 外部イオン源を取り外し、内部イオン源を取り付けます。122 ページの「外部イオン源と内部イオン源の切り替え」を参照してください。

4 イオン源とトラップアセンブリを取り付けます。85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を参照してください。

5 MS トランスファラインの位置を変更して、外部イオン源に入る位置からイオントラップに入る位置にします。123 ページの「内部イオン化用の MS トランスファラインの設定」を参照してください。

6 アナライザを取り付けます。90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を参照してください。

7 MS を GC に向かって移動します。95 ページの「MS を GC に向かって移動するには」を参照してください。

内部モードからハイブリッドモードへの変更

ハイブリッドイオン化モードに変更するには、外部イオン源を取り付ける必要があります。内部 MS トランスファラインチップはすでに取り付けられているので、MS トランスファライン位置スイッチは現在 Internal に設定されており、MS トランスファラインは現在イオントラップに入る位置になっています。

手順

1 アナライザを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。

2 イオン源とトラップアセンブリを取り外します。83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を参照してください。

3 内部イオン源を取り外し、外部イオン源を取り付けます。122 ページの「外部イオン源と内部イオン源の切り替え」を参照してください。

4 イオン源とトラップアセンブリを取り付けます。85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を参照してください。

5 ハイブリッドプラグを取り付けます。130 ページの「ハイブリッドプラグの取り付けと取り外し」を参照してください。

6 アナライザを取り付けます。90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を参照してください。

7 MS を GC に向かって移動します。95 ページの「MS を GC に向かって移動するには」を参照してください。

外部モードからハイブリッドモードへの変更

ハイブリッドイオン化モードに変更するには、内部 MS トランスファラインチップを取り付け、MS トランスファラインの位置をイオントラップに入るように変更する必要があります。外部イオン源はすでに取り付けられており、モードスイッチは現在 External に設定されています。

手順

1 アナライザを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。

2 ハイブリッドプラグを取り付けます。130 ページの「ハイブリッドプラグの取り付けと取り外し」を参照してください。

3 MS トランスファラインの位置を変更して、外部イオン源に入る位置からイオントラップに入る位置にします。123 ページの「内部イオン化用の MS トランスファラインの設定」を参照してください。

4 アナライザを取り付けます。90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を参照してください。

5 MS を GC に向かって移動します。95 ページの「MS を GC に向かって移動するには」を参照してください。

ハイブリッドモードから外部モードへの変更

外部イオン化モードに変更するには、ハイブリッドプラグを取り外し、外部 MS トランスファラインチップを取り付け、MS トランスファライン位置スイッチを External に設定し、MS トランスファラインの位置を外部イオン源に入るように変更する必要があります。外部イオン源はすでに取り付けられています。

手順

1 アナライザを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。

2 ハイブリッドプラグを取り外します。130 ページの「ハイブリッドプラグの取り付けと取り外し」を参照してください。

3 MS トランスファラインの位置を変更して、イオントラップに入る位置から外部イオン源に入る位置にします。127 ページの「外部イオン化用の MS トランスファラインの設定」を参照してください。

4 アナライザを取り付けます。90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を参照してください。

5 MS を GC に向かって移動します。95 ページの「MS を GC に向かって移動するには」を参照してください。

ハイブリッドモードから内部モードへの変更

内部イオン化モードに変更するには、内部イオン源を取り付ける必要があります。内部 MS トランスファラインチップはすでに取り付けられているので、MS トランスファライン位置スイッチは現在 Internal に設定されており、MS トランスファラインは現在イオントラップに入る位置になっています。

手順

1 アナライザを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。

2 イオン源とトラップアセンブリを取り外します。83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を参照してください。

3 外部イオン源を取り外し、内部イオン源を取り付けます。122 ページの「外部イオン源と内部イオン源の切り替え」を参照してください。

外部イオン源を保管する前に、ハイブリッドプラグを取り外すことを推奨します。130 ページの「ハイブリッドプラグの取り付けと取り外し」を参照してください。

4 イオン源とトラップアセンブリを取り付けます。85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を参照してください。

5 アナライザを取り付けます。90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を参照してください。

6 MS を GC に向かって移動します。95 ページの「MS を GC に向かって移動するには」を参照してください。

外部イオン源と内部イオン源の切り替え

1 83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を実行します。

2 3 本のネジを緩め、既存のイオン源を引き出し、ローリントティッシュの上に置きます。セラミックスペーサはそのままにしておきます (図 51)。

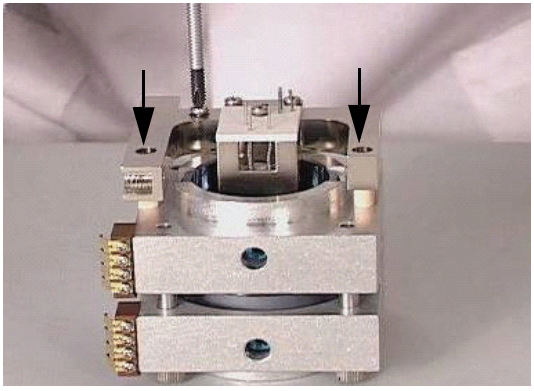


図 51 ネジの位置

3 取り外したイオン源のネジを使用して、交換イオン源を取り付けます。

4 3 本のネジの位置を合わせて、交換イオン源をセラミックスペーサ内に入れます。外部モードに切り替える場合、センターリングが取り付けられていることを確認します。3 本のネジを元どおりに締めます。取り外したイオン源を付属の箱に保管します。

5 85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を実行します。

内部イオン化用の MS トランスファラインの設定

1 77 ページの「MS を GC から離す」を実行します。

2 MS トランスファラインを退避させます。78 ページの「MS トランスファラインの退避」を参照してください。

3 MS トランスファライン用のヒーターケーブルをバルクヘッドのコネクタ J37 から取り外します。

4 MS トランスファラインが冷却したら、MS トランスファラインアセンブリを固定している 4 本の固定ネジを緩めて、ウェルドメントを含め MS トランスファラインアセンブリをマニフォールドから取り外します。シーリング O- リングをなくさないようにしてください。

5 外部チップを取り外します。

6 内部イオン化用カラム計測ツール（図 52）を使うことができる場合には：

図 52　　カラム計測ツール

a カラム計測ツールを取り付けます。

b サファイアまたはカーバイドチップの付いたスクライビングツールまたはセラミックウェハカッターを使って、カラムの測定ツールの端のところに軽く傷を付けます。

c カラムを手できれいに折ります。

d カラム計測ツールを取り外します。

e 茶色のポリイミド内部イオン化用チップ（図 53）を MS トランスファラインにねじ込みます。

7 内部イオン化用カラム計測ツールが使用できない場合には：

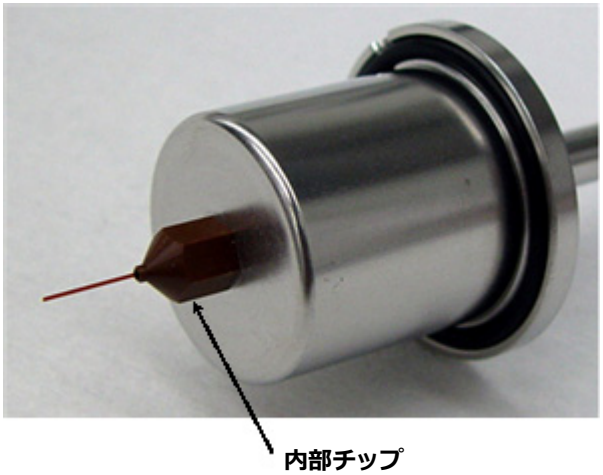


図 53 内部チップ

a 茶色のポリイミド内部イオン化用チップ（図 53）を MS トランスファラインにねじ込みます。

b 内部 MS トランスファラインチップの先端から 8 mm （0.315 インチ）のところでカラムの端を切ります。

8 カラムとその周囲部分を、メタノールとローリントワイプで清掃します。

9 MS トランスファラインアセンブリを取り付けます。バヨネット取り付けプレートを、取り付けチューブが機器の背面を向くように配置し（図 54）、4 本のネジを締めます。

10 O リングに汚れがなく、マニフォールド内に正しく固定されていることを確認します。

図 54　内部イオン化用に配置されたバヨネット取り付けチューブプレート

11 4 本のネジを締めます。

12 MS トランスファライン用のヒーターケーブルを、マニフォールドの側面にある白いリテーナクリップの中と、熱電対ゲージの下に通します。

13 ヒーターケーブルをバルクヘッドの J37 に差し込みます。

14 イオン化モードスイッチを左側にある Internal に切り替えます (図 55)。

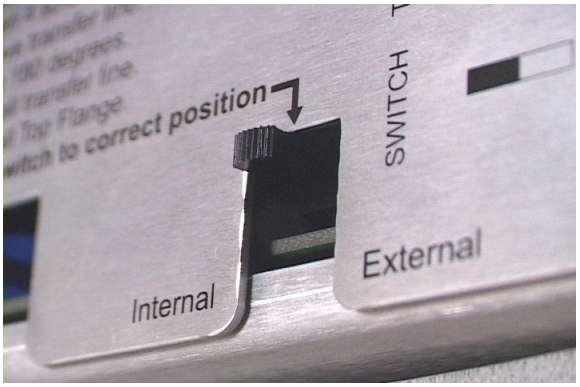


図 55 MS トランスファラインスイッチ

外部イオン化用の MS トランスファラインの設定

1 77 ページの「MS を GC から離す」を実行します。

2 MS トランスファラインを退避させます。78 ページの「MS トランスファラインの退避」を参照してください。

3 MS トランスファライン用のヒーターケーブルをバルクヘッドのコネクタ J37 から取り外します。

4 MS トランスファラインが冷却したら、4 本の固定ネジを緩めて、ウェルドメントを含め MS トランスファラインアセンブリをマニフォールドから取り外します。シーリング O- リングをなくさないようにしてください。

5 内部イオン化用チップを取り外し、外部イオン源に付属する長い金属の外部 MS トランスファラインチップ（図 56）に交換します。3/16 インチスパナで MS トランスファラインを保持しながら、5/16 インチスパナでチップを取り外します。

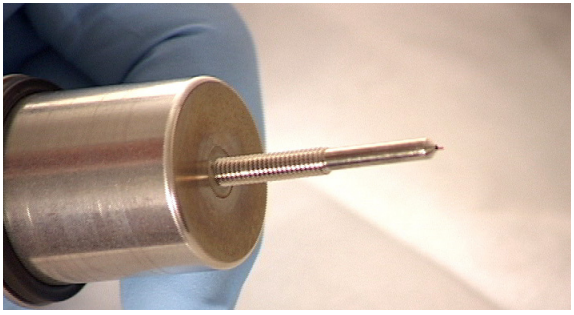


図 56　外部イオン化用チップ

6 カラムインターフェイスナットを緩めます。

カラムを動かせない場合は、次の手順を実行します。

a カラムを MS トランスファラインの入口で切ります。

b カラムインターフェイスナットからフェラルを取り外し、残りのカラムを MS トランスファラインから取り外します。

c カラムの交換手順に従って、新しいフェラルの付いたカラムを挿入します。

7 カラムの先端が MS トランスファラインチップの端から 1 mm (0.04 インチ) 突き出るようにして、カラムインターフェイスナットを締めます。

8 MS トランスファラインアセンブリを取り付けます。バヨネット取り付けプレートを、取り付けチューブが機器の正面を向くように配置し（図 57）、4 本のネジを締めます。O リングに汚れがなく、マニフォールド内に正しく固定されていることを確認します。

9 MS トランスファライン用のヒーターケーブルを、マニフォールドの側面にある白いリテーナクリップの中と、フォアラインラインの下に通します。ケーブルをバルクヘッドの J37 に差し込みます。図 57 を参照してください。

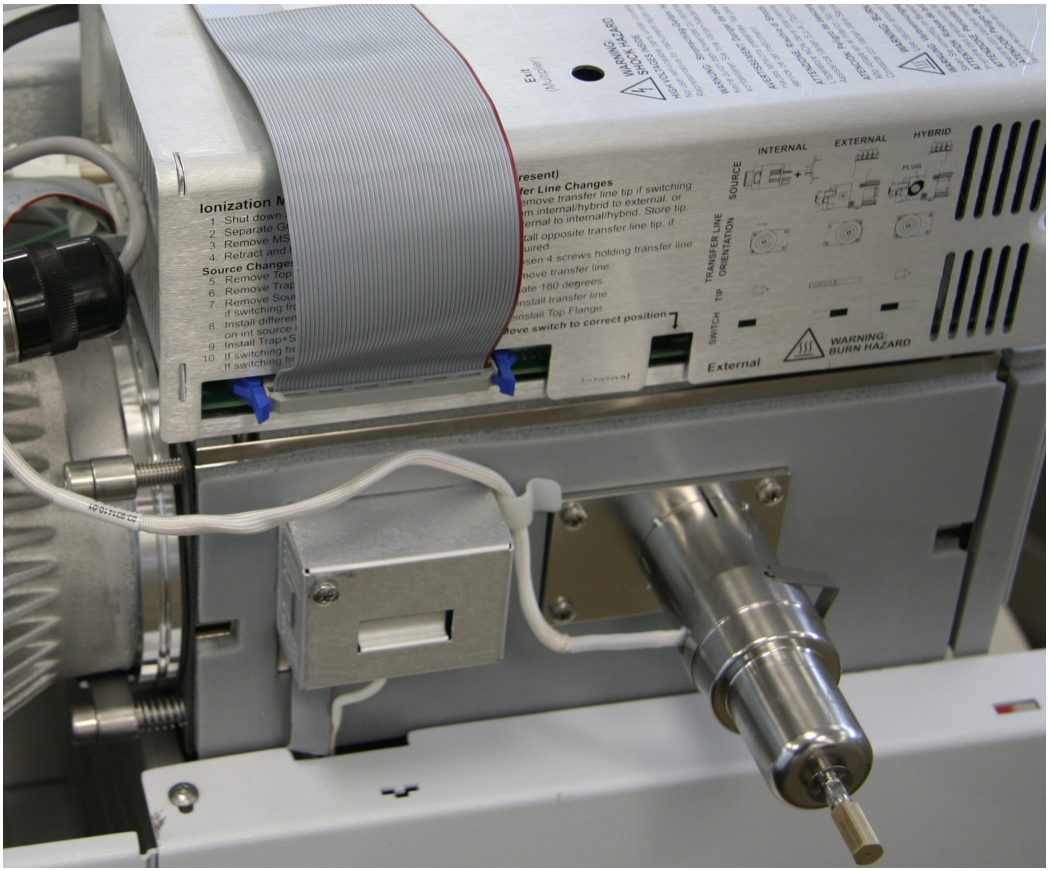


図 57 外部イオン化用に配置されたバヨネット取り付けチューブプレート

10 イオン化モードスイッチの位置を、右側にある　External　に切り替えます。図 58 を参照してください。

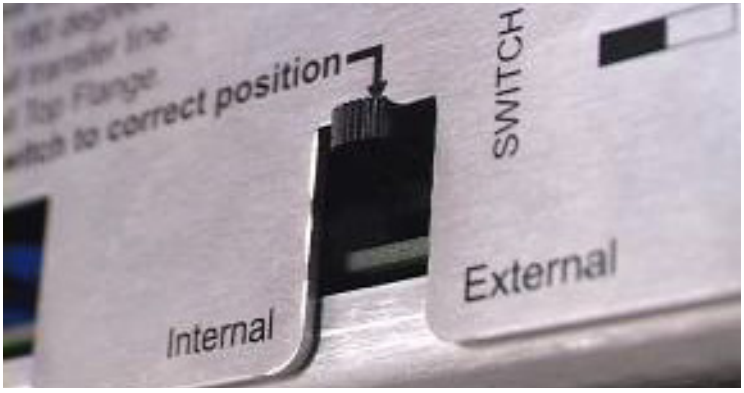


図 58　　イオン化モードスイッチ

ハイブリッドプラグの取り付けと取り外し

ハイブリッド動作の場合、試薬ガスが高圧の CI イオン源から漏れるのを防ぐため、CI イオン化室の横にある使用されていないトランスファライン穴にプラグを差し込む必要があります。

ハイブリッドプラグの取り付けと取り外しを行うには：

1 外部イオン源の MS トランスファライン穴に付属のプラグを挿入し、プラグがイオン源ヒーターブロックの側面に当たるまでねじ込んで取り付けます。

2 プラグを外すには、ねじりながら引き出します。

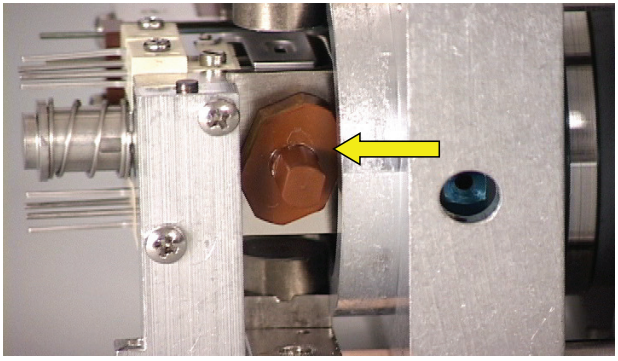


図 59 ハイブリッドプラグ

4
クリーニング手順

外部イオン源のクリーニング 132
外部イオン源の組み立て 145
内部イオン源のクリーニング 150
内部イオン源の組み立て 154
イオントラップコンポーネントのクリーニング 156
イオントラップの組み立て 159

イオン源、イオントラップ、コンバージョンダイノードの汚染は、MS のパフォーマンスに影響します。機器のクリーニングが必要な頻度は、分析するサンプルの量と性質によって異なります。トラブルシューティングのセクションでは、コンポーネントの汚れから生じる症状を紹介し、スケジュールを示します。

Agilent Technologies

外部イオン源のクリーニング

警告 **感電の危険：危険な高電圧に注意してください。機器の電源コードを抜きます。**

1 MS をオフにします。70 ページの「MS をオフにする」を参照してください。
2 アナライザアセンブリを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。
3 イオン源アセンブリを取り外します。83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を参照してください。

イオン源ホルダの取り外し

1 イオン源を磁石構造に固定している 2 本のネジを外します。

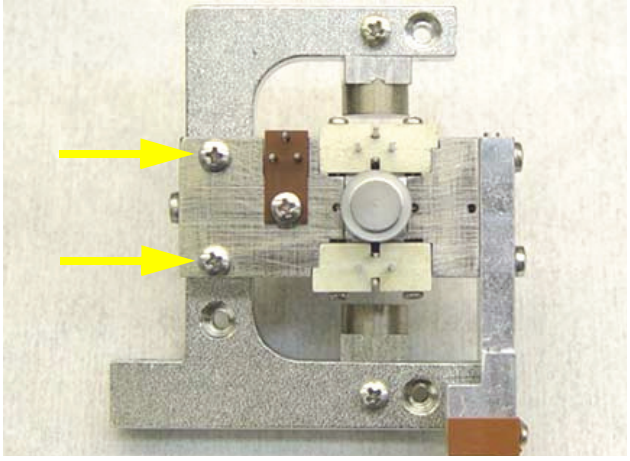


図 60 イオン源ホルダネジの取り外し

2 イオン源アセンブリを持ち上げて、側面を下にしてローリントティッシュの上に置きます。

レンズの取り外し

注意　レンズ部品は絶縁のために陽極酸化されています。黒いコーティングに傷があると、再組み立て後にショートする可能性があります。

各部品をローリントティッシュの上に置きます。

1 レンズ固定ネジを取り外します。
2 レンズインシュレータを取り外します。
3 各レンズを取り外します。

図 61　分解されたレンズ

レンズのクリーニング

材料：

- 綿棒
- イソプロピルアルコールまたはメタノール
- ビーカー

- 超音波洗浄機

1 各レンズの中央の光沢部分を、綿棒とイソプロピルアルコールまたはメタノールで清掃します。
2 イソプロピルアルコールまたはメタノール中で 1 分間レンズを超音波洗浄します。
3 部品を自然乾燥させるか、約 120 ℃に設定されたオーブンで 30 分間乾燥させます。

イオン化室の取り外し

1 イオン源ヒーターブロックから 2 本のネジを外します。

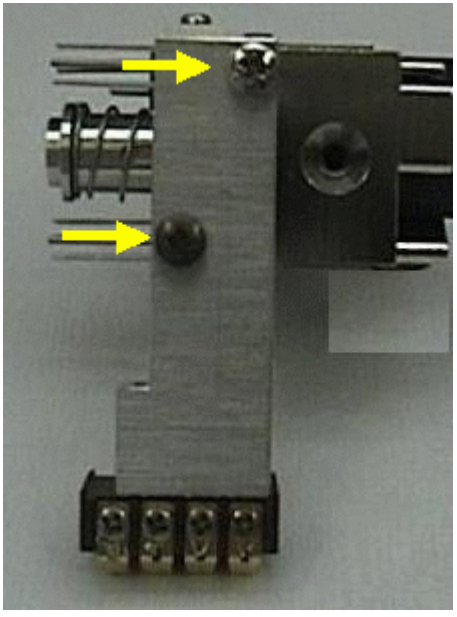


図 62　　イオン源ヒーターブロックのネジ

2 イオン源ヒーターブロックをローリントティッシュの上に置きます。

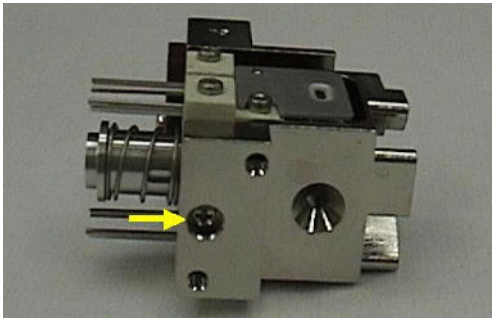


図 63 イオン化室固定ネジ

3 イオン化室固定ネジを緩めると、スプリングによって CI イオン化室が押し出されます。

図 64　　EI イオン化室

4 イオン源アセンブリをひっくり返して、EI イオン化室を取り外せるようにします。イオン化室が出てこない場合は、出てくるまでイオン源のネジを緩めます。

EI または CI イオン化室のクリーニング

材料：

- 酸化アルミニウム
- 綿棒
- 脱イオン水
- イソプロピルアルコールまたはメタノール
- ビーカー
- 超音波洗浄機

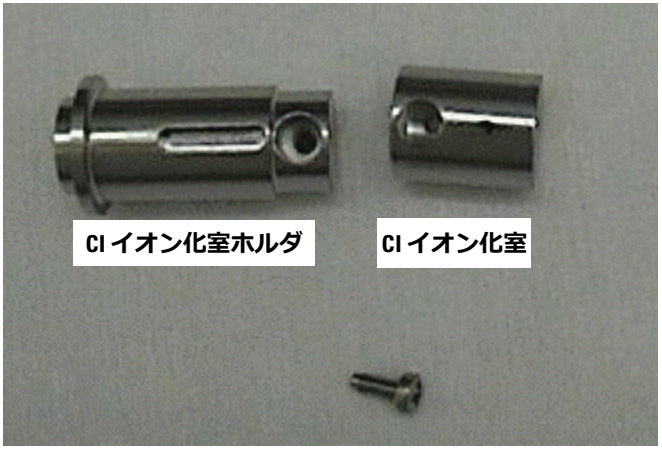


図 65 CI イオン化室とホルダ

1 CI イオン化室からスプリングを取り外します。
2 ネジを外して、イオン化室をイオン化室ホルダから取り外します (図 65)。
3 イオン化室とホルダを脱イオン水で洗浄し、脱イオン水中で 2 分間超音波洗浄します。
4 イソプロピルアルコールまたはメタノール中でさらに 2 分間超音波洗浄します。
5 イオン化室が変色している場合、以下の手順を実行します。
   a 綿棒を脱イオン水に浸し、次いで酸化アルミニウムを付けます。
   b 変色した部分を酸化アルミニウムと水のスラリーでそっとこすります。酸化アルミニウムが表面上で乾燥しないようにしてください。
   c 酸化アルミニウムで洗浄した部品に対して、ステップ 3 と 4 を再実行します。
   d EI イオン化室に対して ステップ 1 ～ 5 を再実行します。
   e すべての部品を自然乾燥させるか、約 120 ℃に設定されたオーブンで 30 分間乾燥させます。

CI イオン化室の組み立て

1 ホルダと CI イオン化室の大きい穴の位置を合わせます。

2 CI イオン化室をホルダ上にスライドさせます。

3 CI イオン化室を通してネジをホルダに留め、そっと締めます。締めながら、ネジの先端が CI イオン化室の穴の中央に位置していることを確認します。

注意

締めすぎないように注意します。締めすぎると、CI イオン化室が移動中にたわんで突き出すおそれがあります。イオン化室が円筒形を保っていることを確認します。

4 アセンブリ上にスプリングを置きます。

フィラメントと外部イオン源ブロックのクリーニング

フィラメントとイオン源ブロックのクリーニングは、高圧 CI を実行したときに必要です。高圧 CI を行うと、フィラメントがカーボン層で覆われてリーク電流が生じることがあるため、カーボン層を除去する必要があります。

材料：

- 酸化アルミニウム
- 綿棒
- 脱イオン水
- イソプロピルアルコールまたはメタノール
- ビーカー
- 超音波洗浄機

フィラメントの取り外し

1 上の 2 本のフィラメントネジを外します。

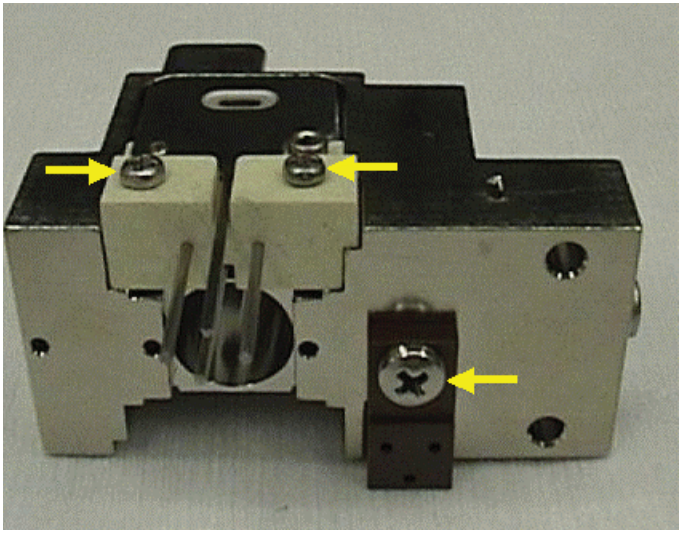


図 66 フィラメントネジの位置

2 フィラメントを持ち上げて、ローリントティッシュの上に置きます。
3 レンズインシュレータネジとレンズインシュレータを取り外します。
4 イオン源をひっくり返して、もう 1 つのフィラメントを取り外します。

イオン源ブロックのクリーニング

1 綿棒と、酸化アルミニウムと脱イオン水のスラリーを使用して、イオン化室の穴とフィラメント差込穴を清掃します。酸化アルミニウムがイオン源ブロック上で乾燥しないようにしてください。

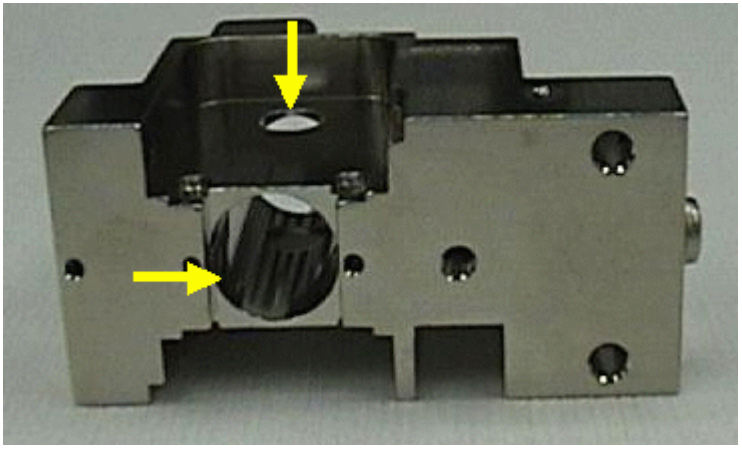


図 67　イオン化室の穴とフィラメント差込穴

2 脱イオン水で念入りに洗浄します。
3 脱イオン水中で 2 分間超音波洗浄します。
4 イソプロピルアルコールまたはメタノール中で 2 分間超音波洗浄します。
5 部品を自然乾燥させるか、約 120 ℃に設定されたオーブンで 30 分間乾燥させます。

フィラメントのクリーニング

1 1.5 mm アレンスパナで 2 本のソケットキャップネジを外して、フィラメントベースからレンズを取り外します。

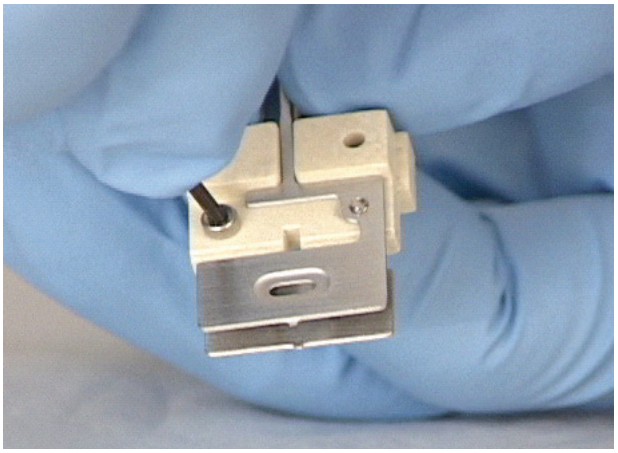


図 68 フィラメントベースからのレンズの取り外し

2 ベースのフィラメントポストの付近と間の部分を、スーパーファイングレード（400 グリット）のシリコンカーバイドサンドペーパーで、変色部分がほ

とんどなくなるまで清掃します。フィラメントに触ったり、フィラメントを変形させたりしないように十分注意してください。

3 鋭いかみそりの刃（または多目的ナイフの先端）で、ベースと同じ色の面が現れるまで、変色部分をできるだけ薄く削り取ります。

4 粉末や汚れをイソプロピルアルコールまたはメタノールで洗い落とします。フィラメントを乾かしてから取り付けます。

5 綿棒とイソプロピルアルコールまたはメタノールでレンズを清掃します。別の綿棒を使用します。

6 レンズをフィラメントベースに元どおりに取り付けます。

フィラメントの取り付け

1 レンズインシュレータとレンズインシュレータネジを取り付けます。レンズインシュレータのステップが、イオン源の切り欠きにはまるようにします。

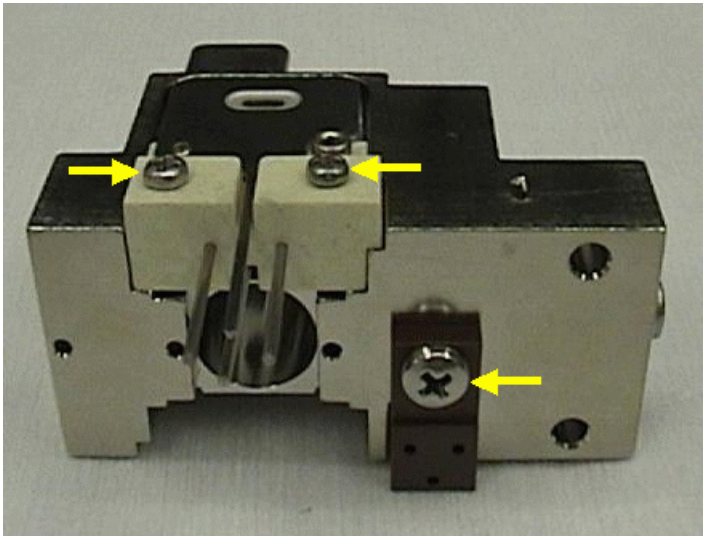


図 69　フィラメントとレンズインシュレータのネジの位置

2 フィラメントアセンブリを、ノッチ付きの側を下にして、イオン源内に入れます。アセンブリが正しい位置に完全にはまっていることを確認します。

3 2 本のネジをネジ穴に入れ、均等に締めます。締めすぎないように注意します。

4 イオン源アセンブリを裏返して、もう 1 つのフィラメントに対しても同じ手順を実行します。

外部イオン源の組み立て

外部イオン源を組み立てるには、分解の手順を逆にたどります。

イオン化室の取り付け

1 EI イオン化室の穴が、イオン化室のネジおよび MS トランスファラインの穴と合うように、EI イオン化室の位置を調整します。

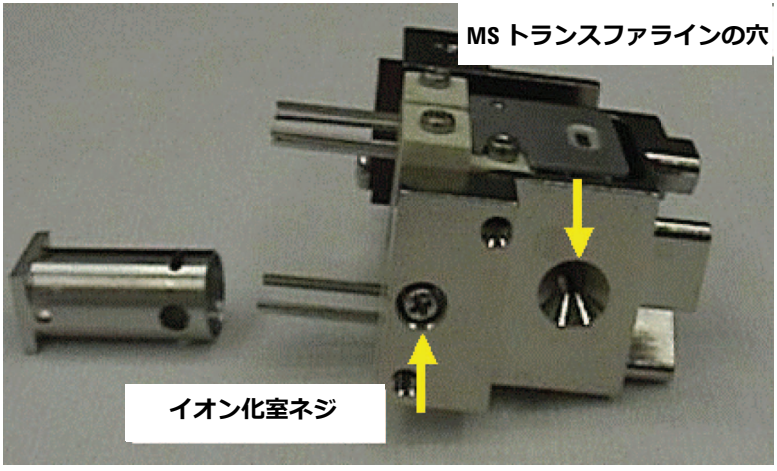


図 70　EI イオン化室の取り付け

2 EI イオン化室をイオン源ブロック上にスライドさせます。

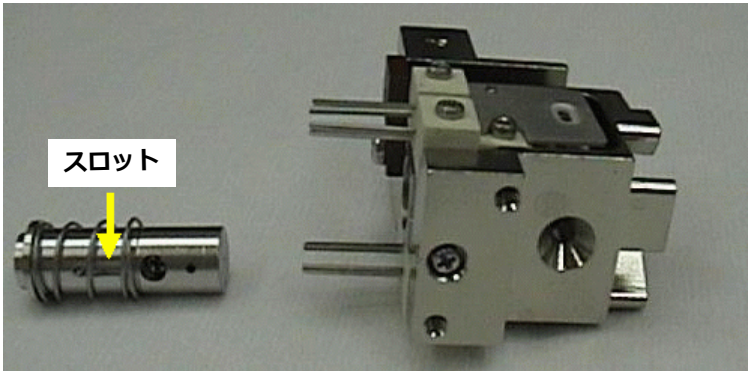


図 71 CI イオン化室の取り付け

3 CI イオン化室を、スロットとイオン化室のネジの位置を合わせて、イオン源ブロック内にスライドさせます。

4 スプリングを完全に縮めます。CI イオン化室の正しい穴が MS トランスファラインの穴と合うようにします。

5 CI イオン化室を中に入れたまま、イオン化室のネジをゆっくりと締めます。ネジがスロットに入ると、CI イオン化室が保持されます。ネジを締めても CI イオン化室が自由にスライドするように、スロットの位置を調整します。

レンズの取り付け

1 レンズ 1 のピンをインシュレータの左の穴に通します。

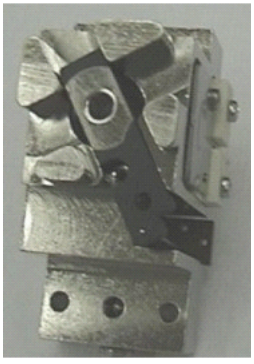


図 72　ピン 1 の挿入

2 レンズ 2 のピンをインシュレータの中央の穴に通します。

図 73 ピン 2 の挿入

3 レンズ 3 のピンをインシュレータの右の穴に通します。

4 ネジインシュレータとレンズネジを、レンズを通してイオン源に取り付けます。

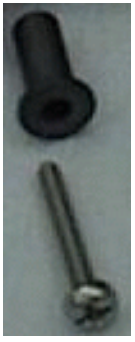


図 74 ネジインシュレータとレンズネジ

5 センターリングをレンズ 3 に押しつけます。

図 75　センターリングの取り付け

6 外部イオン源アセンブリを取り付けます。85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を参照してください。

7 アナライザアセンブリを取り付けます。90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を参照してください。

内部イオン源のクリーニング

警告 **感電の危険：危険な高電圧に注意してください。機器の電源コードを抜きます。**

1 MS をオフにします。70 ページの「MS をオフにする」を参照してください。
2 アナライザアセンブリを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。
3 イオン源アセンブリを取り外します。83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を参照してください。

部品をローリントティッシュの上に置きます。

内部イオン源の取り外し

1 内部イオン化アセンブリを固定している 2 本のネジを緩めて、アセンブリを取り出せるようにします。ネジはイオン源プレートについたままです。

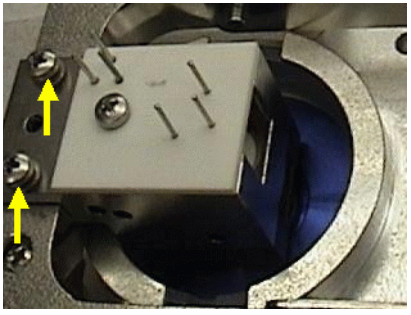


図 76 内部イオン源固定ネジの位置

2 アセンブリを取り外し、ローリントティッシュの上に置きます。
3 フィラメント固定ネジを外します。

図 77　　フィラメント固定ネジを外す

4 セラミックプレートを取り外します。
5 フィラメントアセンブリを取り外します。
6 ゲート固定ネジを外します。

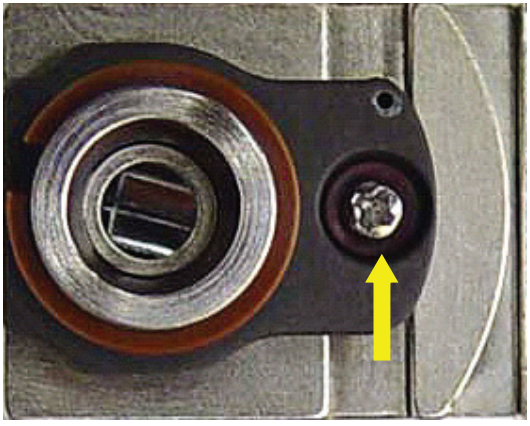


図 78　　ゲート固定ネジを外す

7 センターリングは、レンズの末端にはまっています。リングの隙間に細い楊枝を押し込み、リングを持ち上げてゲートの端の上をスライドさせます。

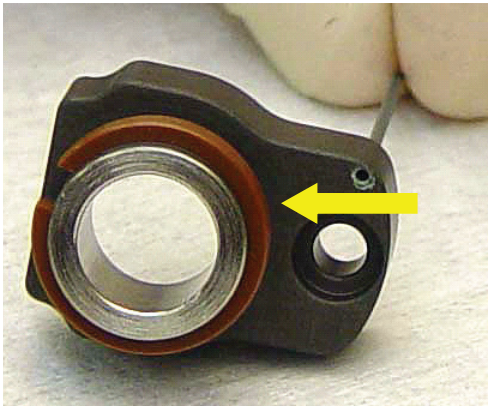


図 79 レンズインシュレータの取り外し

8 インシュレータをレンズから引き外します。

ゲートのクリーニング

材料：

- 綿棒
- イソプロピルアルコール（IPA）またはメタノール
- ビーカー
- 超音波洗浄機

ゲートの外側は陽極酸化されています。コーティングに傷を付けないように注意してください。ゲートがフィラメントブロックにショートするおそれがあります。

1 ゲートの中央の光沢部分を、綿棒と IPA またはメタノールで清掃します。

2 イソプロピルアルコールまたはメタノール中で 2 分間超音波洗浄します。

3 自然乾燥させるか、約 120 ℃に設定されたオーブンで 30 分間乾燥させます。

内部イオン源ベースのクリーニング

材料：

- 酸化アルミニウム
- 綿棒
- 脱イオン水
- イソプロピルアルコール（IPA）またはメタノール
- ビーカー
- 超音波洗浄機

図 80　内部イオン源ベースのクリーニング

1 綿棒を酸化アルミニウムと脱イオン水のスラリーに浸して、内部イオン化ベースの中央チューブを清掃します。酸化アルミニウムがベース上で乾燥しないようにしてください。
2 脱イオン水で念入りに洗浄します。
3 脱イオン水中で 2 分間超音波洗浄します。
4 イソプロピルアルコールまたはメタノール中で 2 分間超音波洗浄します。
5 自然乾燥させるか、120 ℃ に設定されたオーブンで 30 分間乾燥させます。

内部イオン源の組み立て

1 センターリングをゲートの端の溝にはめ込みます。

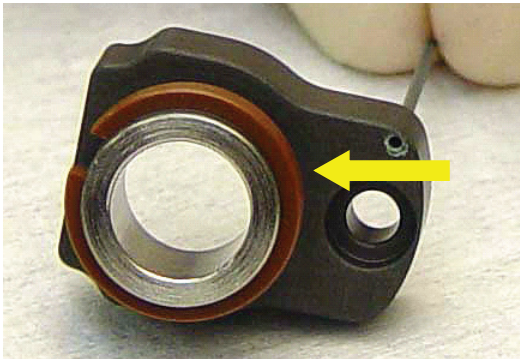


図 81 センターリングの取り付け

2 ゲートを内部イオン源ベースの上に置きます。

図 82 ゲートの取り付け

3 インシュレータをネジ穴に入れます。
4 インシュレータにネジを入れて締めます。
5 セラミックプレートをフィラメントアセンブリピンの上に置きます。

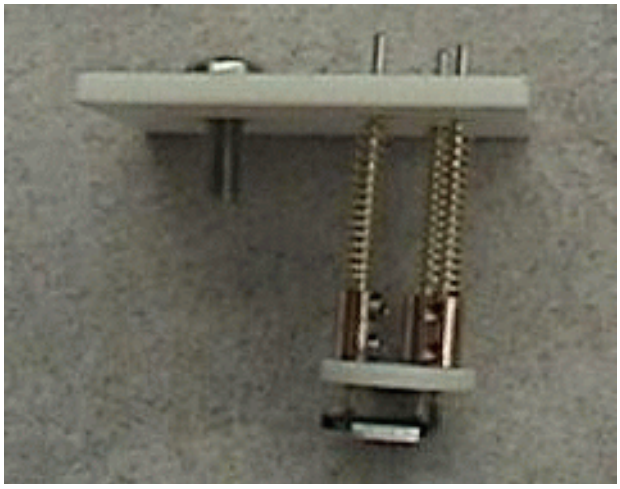


図 83　　セラミックプレートの取り付け

6 フィラメントアセンブリを内部イオン源ベース内に置きます。
7 フィラメントアセンブリが内部イオン源ベース内に平らに置かれていることを確認します。

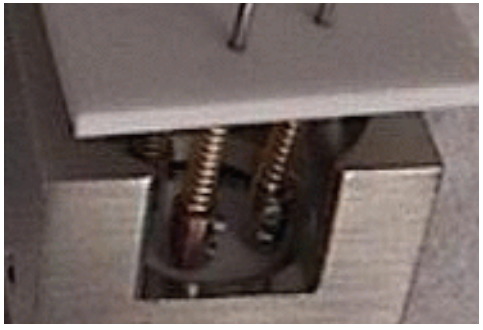


図 84　　固定ネジの取り付け

8 セラミックプレートを押しつけながら固定ネジを取り付けて締めます。

イオントラップコンポーネントのクリーニング

警告 **感電の危険：危険な高電圧に注意してください。機器の電源コードを抜きます。**

1. MS をオフにします。70 ページの「MS をオフにする」を参照してください。
2. アナライザアセンブリを取り外します。81 ページの「アナライザアセンブリの取り外し」を参照してください。
3. イオン源アセンブリを取り外します。83 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り外し」を参照してください。

部品をローリントティッシュの上に置きます。

イオントラップの分解

1 イオン源が定位置にある状態で、トラップアセンブリを、イオン源ピンを下にして、付属のホルダ上に置きます。

2 4 本の固定ネジを外します。

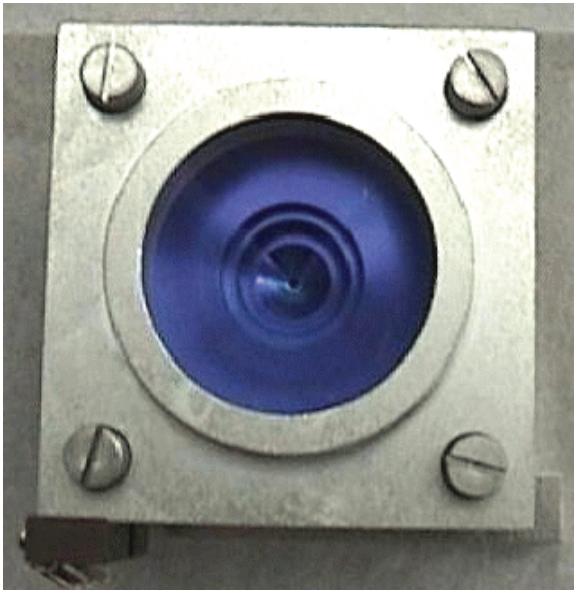


図 85　固定ネジ

3 トラップオーブンを取り外し、ローリントティッシュの上に置きます。
4 トラップオーブンをクリーニングする場合は、クォーツスペーサをトラップオーブンから取り外します。
5 各トラップ電極とクォーツスペーサを取り外し、ローリントティッシュの上に置きます。電極を損傷しないように、エンドキャップコーン側を上にして置きます。

シリカコーティング電極のクリーニング

注意 シリカ層が除去されてしまうため、酸化アルミニウムなどの研磨剤や、強力な研究用クリーナーは使用しないでください。中性洗剤（pH 6 ～ 7.5）のみを使用します。

シリカコーティングされたイオントラップ電極のコーティング層はきわめて薄く（約 0.025 µm）、ステンレス本体に強力に付着しています。

酸化アルミニウム粉末などの研磨剤や、強酸性または強アルカリ性の研究用クリーナーは、シリカ層を除去するおそれがあるため、トラップ部品のクリーニングには使用しないでください。

1 エンドキャップからポリイミドバナナプラグを取り外します。
2 歯ブラシと液体ハンドソープまたは食器用洗剤（pH 6 ～ 7.5）を使用して、トラップ部品を軽く磨きます。
3 脱イオン水で洗浄します。
4 塩化メチレンまたはメタノールで洗浄します。
5 自然乾燥させるか、120 ℃ に設定されたオーブンで 30 分間乾燥させます。
6 バナナプラグを、クリーニング前と別の穴に取り付けます。

クォーツスペーサのクリーニング

1 アセトン（特級）で湿らせた清潔で柔らかいローリントティッシュを使用して、各クォーツスペーサの表面を拭います。
2 各クォーツスペーサを脱イオン水で洗浄します。
3 各クォーツスペーサをイソプロピルアルコールまたはメタノールで洗浄します。
4 スペーサを自然乾燥させるか、約 120 ℃に設定されたオーブンで 30 分間乾燥させます。

イオントラップの組み立て

1 1 つめのクォーツスペーサをトラップオーブンの下半分に入れます。スペーサがオーブンに正しく入っていることを確認します。外側エッジの周囲の間隔が均一で、スペーサが触っても動かないことを確認します。スペーサのノッチの向きは重要ではありません。

2 エンドキャップ電極の 1 つ（すべて同一）をクォーツスペーサの上にコーン側を上にして置き、バナナプラグが金のコネクタと同じ側に来るようにします。必要なら、綿棒の先端を使って電極をアセンブリにそっと押し込みます。

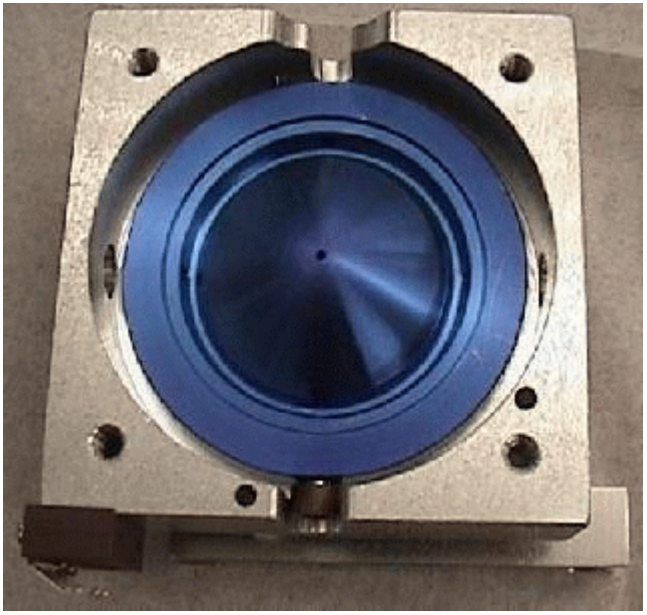


図 86　取り付けられたエンドキャップ

3 クォーツスペーサをエンドキャップの上に置きます。スペーサがエンドキャップ上に完全に平らに置かれていることを確認します。

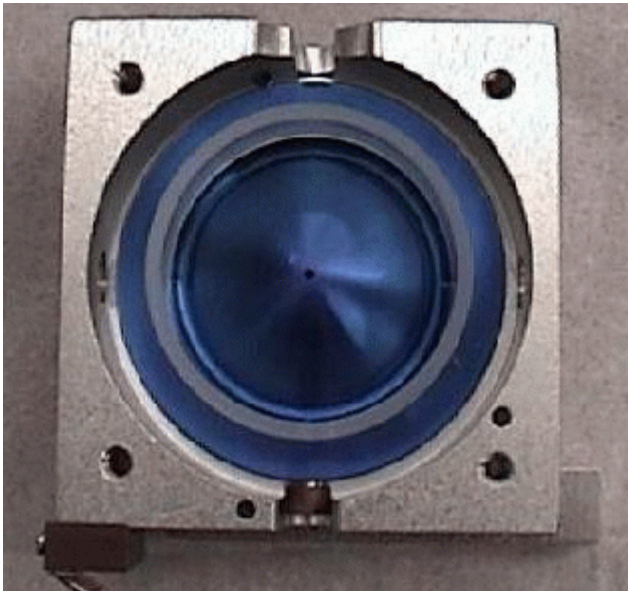


図 87 エンドキャップ上に置かれたクォーツスペーサ

4 リング電極をクォーツスペーサ上に置きます。

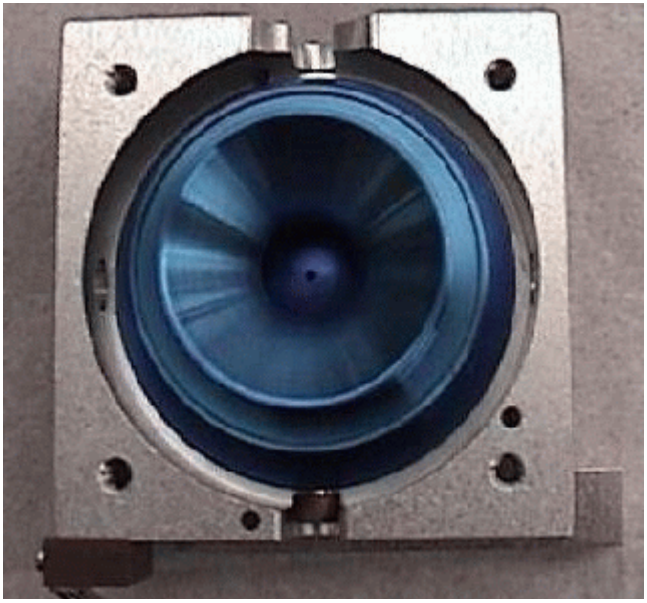


図 88　　取り付けられたリング電極

5 最後のクォーツスペーサをリング電極の上に置きます。スペーサが電極上に完全に平らに置かれていることを確認します。

6 最後のエンドキャップ電極をクォーツスペーサ上にコーン側を下にして置きます。バナナプラグが下側のエンドキャップと同じ側に来るようにします。

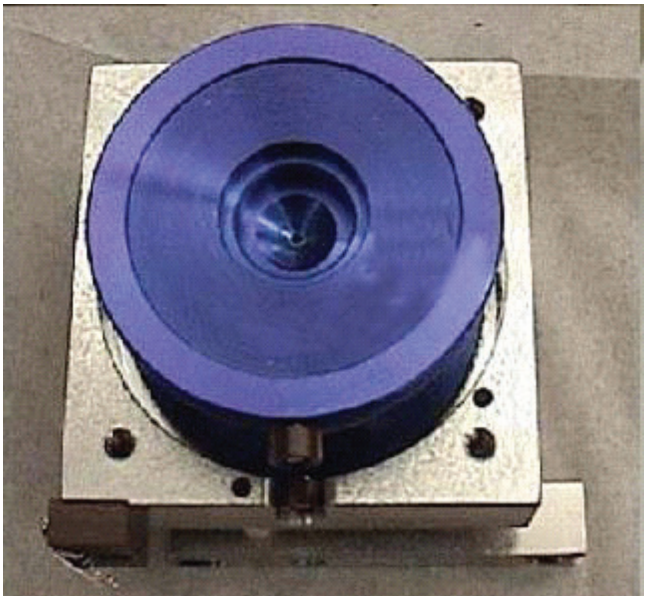


図 89 取り付けられた最後のエンドキャップ

7 最後のクォーツスペーサをエンドキャップ電極の上に置きます。スペーサがエンドキャップ上に完全に平らに置かれていることを確認します。

8 オーブンの上部を、金のコネクタが下側半分と同じ側に来るように、電極スタック上に置きます。オーブンとクォーツスペーサに隙間がないことを確認し、必要なら組み立て直します。クォーツがしっかりとはまっている場合は、

クォーツアセンブリをトラップオーブンに入れてから、トラップオーブンを電極スタック上に置きます。

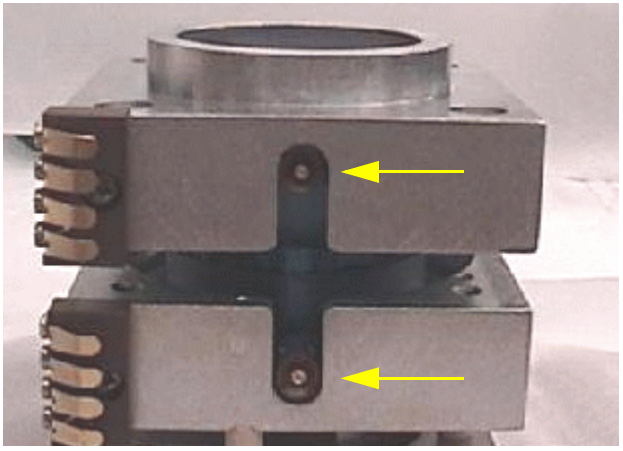


図 90　　オーブン上部の取り付け

トラップオーブンの金のコネクタは、同じ側に並んでいる必要があります。バナナプラグがノッチ内に見え、トラップオーブンの溝の端まで並んでいる必要があります。

9 隙間がある場合、分解してスペーサと電極の位置揃えを再確認します。

10 4 本の固定ネジを適度な強さで均一に締めます。

11 トラップオーブンの固定ネジ側を下にして作業台の上に置き、3 つのセラミックスペーサをそれぞれの皿穴に入れます。

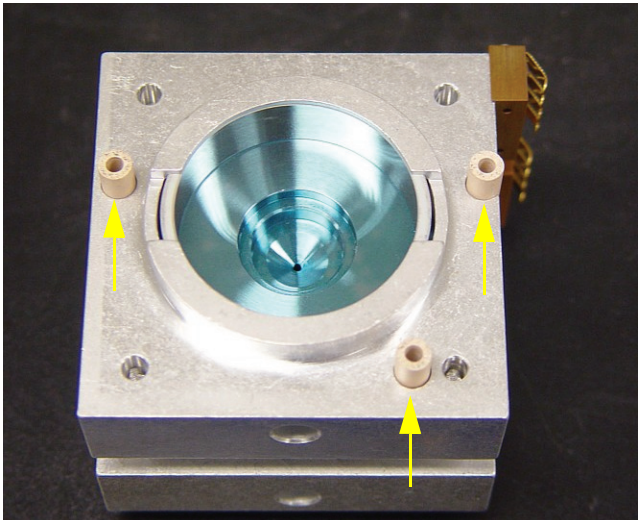


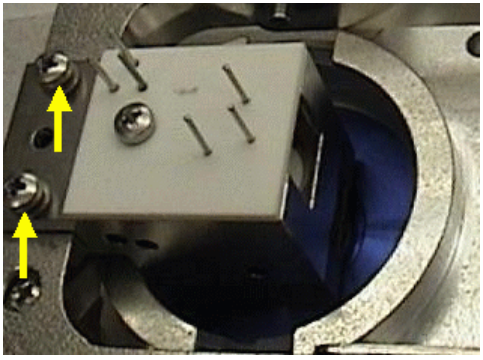
図 91 セラミックスペーサの位置

12 磁石構造を 3 つのセラミックスペーサに合わせ、ネジを挿入して締めます。

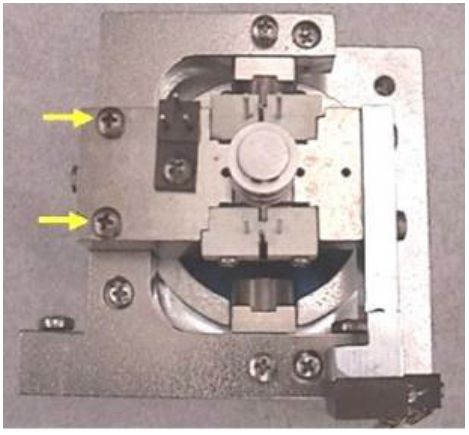
13 イオン源を磁石構造に入れ、2 本のネジの位置を合わせます。

イオン源が正しく取り付けられると、レンズがエンドキャップ内で平らになり、イオン源プレートが磁石構造に対して平らになります。

14 位置を確認して合わせたら、ネジを締めます。



内部イオン源



外部イオン源

図 92　　イオン源固定ネジ

15 イオン源とトラップアセンブリをアナライザベースに取り付けます。85 ページの「イオン源とトラップアセンブリの取り付け」を参照してください。

16 アナライザアセンブリをマニフォールドに取り付けます。90 ページの「アナライザアセンブリの取り付け」を参照してください。

5
化学イオン化オプション

はじめに 168
CI 試薬ガスの取り付け 170
内部モードでの CI 試薬流量の設定 177
外部モードでの CI 試薬流量の設定 180
ハイブリッドモードでの CI 試薬流量の設定 180
液体 CI インレットオプション 180

この章では、各 CI モードの概要と、CI に使用する液体およびガス供給源の取り付け方法を説明します。また、試薬ガス流量の調節方法も説明します。

はじめに

化学イオン化を行うと、化学分析のための電子イオン化（EI）データを補完する質量スペクトルデータが得られます。240 MS には、オプションの 3 つの CI 動作モードがあります。

- 内部モード－ポジティブ CI（PCI）
- 外部モード－ポジティブまたはネガティブ CI（PCI/NCI）
- ハイブリッドモード－ポジティブまたはネガティブ CI（PCI/NCI）

CI モードとハイブリッドモードは、240 MS のオプションです。システムにこれらのオプションがない場合は購入できます。

内部 CI

内部 CI では、CI 試薬ガス（外部ガスシリンダーから供給）が 4 mL/min のリストリクタチューブを通じてアナライザに入ります。試薬ガスは EI によってイオン化され、反応イオンを形成します。形成された反応イオンは、カラムからのヘリウムキャリアガスとともにアナライザに流入するサンプル分子をイオン化します。内部 CI オプションで使用する試薬ガスの操作と調整の手順については、このセクションの冒頭で説明します。内部 CI は PCI モードのみを行うことができます。

追加の液体 CI インレット（LCI インレット）オプションがある場合、他の液体を CI のイオン源として選択できます。内部 CI では、試薬は 50 mL/min リストリクタチューブを通じて LCI インレットを通ります。このオプションの操作手順と、液体 CI とガス CI の切り替え手順については、この章の後の方で説明します。

外部 CI

外部 CI では、CI 試薬ガス（外部ガスシリンダーから供給）が 4 mL/min のリストリクタチューブを通じて外部イオン源に入ります。外部 CI モードでは、ソフトウェアは特別な CI イオン化室を EI イオン化室に挿入することにより、CI 反応を高める高圧環境を実現します。試薬ガスは EI によってイオン化され、反応イオンを形成します。この反応イオンは、外部イオン源に入るとすぐに、サンプル分子と反応します。この反応によって、正と負の両方のイオンが生じる可能性があります。分析対象が正と負のどちらの CI であるかによって、選択された電荷のイオンがイオントラップに導入されて分析されます。液体 CI 試薬の使用は外部 CI では推奨されません。外部 PCI または NCI モードでは、不揮発性液体試薬の圧力が低すぎて、CI プロセスが効率的に進行しないからです。

ハイブリッド CI

ハイブリッドモードでは、CI 試薬ガス（外部ガスシリンダーから供給）がリストリクタチューブを通じて外部イオン源に入ります。標準ハイブリッド高圧イオン源（HPS）では、高圧の CI イオン化室が EI イオン化室内に自動的に挿入され、CI 反応を高める高圧環境を実現します。試薬ガスは EI によってイオン化され、反応イオンを形成します。これらのプロセスでは正と負の両方のイオンが生成される可能性があり、正または負の電荷を持つ試薬イオンがイオントラップにただちに入ります。イオントラップに導入されるイオンの極性はユーザーが指定します。

反応イオンがイオントラップに指定された時間だけ保持されたあと、指定された質量範囲内のイオンだけを分離するための waveform が印加されます。最後に、選択された反応イオンが、GC カラムを通じてイオントラップに入ってきた中性検体と反応します。

追加の液体 CI インレット（LCI インレット）オプションを使用すると、特定の液体を CI のイオン源として選択できるようになります。ハイブリッドモードでは、試薬は 200 mL/min リストリクタチューブを通じて液体 CI インレットを通ります。このオプションの操作と、液体 CI とガス CI の切り替えについては、この章の後の方で説明します。

CI 試薬ガスの取り付け

CI 試薬ガス配管を取り付ける前に、以下の手順を実行します。

1 240 MS システムのリーク検査を行います。

2 機器を EI モードでチューニングします。

CI 試薬ガスを取り付けるには：

1 注入ガスラインは可能な限り短くする必要があります。ガスシリンダーは 240 MS の背面近くに固定します。

2 4 mL/min リストリクタチューブを、1/8 インチの Swagelok フィッティングを使用して、二段式ガス調整器につなぎます。

3 リストリクタのもう一方の端を CI ガス注入口を通じて MS につなぎます。ガスラインが 240 MS の背面に達するのに十分な長さであり、（MS トランスファラインとターボ分子ポンプにアクセスできるよう）MS を 9 インチ（23 cm）右側に動かせることを確認します。

ガスシリンダーやレクチャーボトルは、ケーブルやガスラインを損傷するおそれがない場所に保管してください。保管に当たっては標準的な安全手順を遵守してください。端が丸くなっているレクチャーボトルは、Matheson モデル 505 傾き防止スタンドなどの装置で保持します。

CI 試薬ガスの必要事項

CI 用の試薬ガスとしては、メタンとイソブタンが推奨されます。

感度を最大限に高め、高いスペクトルクオリティを得るには、高純度の試薬ガスを使用します。不純物があると、サンプルイオンと反応して、紛らわしい質量スペクトルデータが生成される可能性があります。

CI 操作で使用される試薬ガスは非常に少量（一般的に 1 ～ 2 mL/min 程度）です。必要に応じて適切なサイズのガスシリンダーを選択してください。

以下の必要事項は、メタンとイソブタンで同一です。

- ガス純度は 99.99% 以上であること
- ガスシリンダーには二段式圧力調整器とステンレス製ダイアフラムが付属していること
- 調整器は 30 psi（200 kPa）の最大圧力を供給すること

CI 試薬ガスの水分濃度は 1 ppm 未満であること。試薬ガスに含まれている水分は、CI の操作の妨げになる可能性があります。

付属の 4 mL/min ラインよりも長いリストリクタラインが必要な場合、メタンまたはイソブタン用の清浄な銅またはステンレス製ガスラインを使用します。ガスラインからはオイルやその他の汚染物質を完全に除去する必要があります。可能な場合は、GC スタートアップキットに含まれている清浄な銅管を使用してください。

警告 **CI 試薬ガスが 含まれている状態で試薬ガスラインを火炎乾燥しないでください。**

CI 試薬ガス配管の設定

注意 **CI 試薬ガスの取り扱いには危険が伴います。試薬ガスの取り付けの際は、適切な安全保護具を使用してください。**

1 **[System Control]** に入り、**[Manual Control]** を選択します。

2 EM、フィラメント、RF 電圧がオフになっていることを確認します。EM、フィラメント（イオン源）、RF というテキストが、緑でなく赤または黒で表示されているはずです。

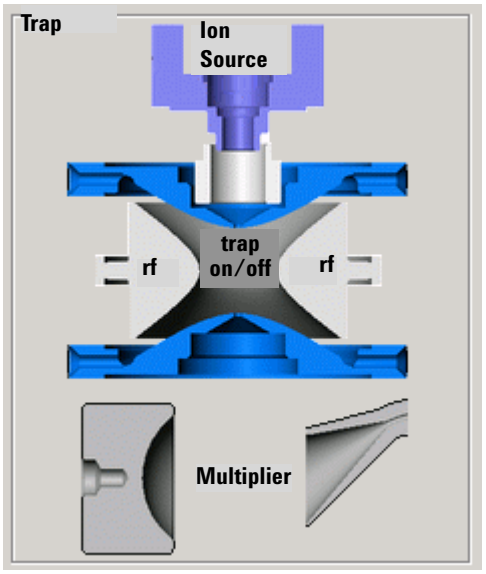


図 93 テスト

マニフォールドへの CI 試薬ガスの流量は、2 つのソレノイド操作バルブによって制御されます。MS ドアの後ろにあるニードルバルブが、マニフォールドに流入する試薬ガスの量を制御します。**[Instrument Control]** 表示の **[CI]** ボタンを使用して、バルブを開閉できます。

3 CI ガスソレノイドバルブが閉まっていることを確認します。これらのバルブが閉まっている場合、イオントラップ図の左側にある [CI Gas] アイコンは緑色で表示されません

4 二段式圧力調整器を試薬ガスシリンダーまたはレクチャーボトルに取り付けます。接続部をしっかり締めます。

二段式圧力調整器は、通常、2 次バルブ、圧力調整バルブ、供給圧力ゲージ、および配送圧力ゲージで構成されます。

- 試薬ガスのオン / オフは、シリンダーまたはレクチャーボトルのメインバルブで行います。

- 圧力調整器の 2 次バルブは、ガスシリンダーから圧力調整バルブまでのガス流量の粗調整に使用します。
- ボトル内のガス圧のモニタには、供給圧力ゲージを使用します。
- MS に配送されるガスのヘッド圧は、圧力調整バルブで設定します。

5 外径 1/8 インチガス供給ラインの一端を圧力調整器に接続します。

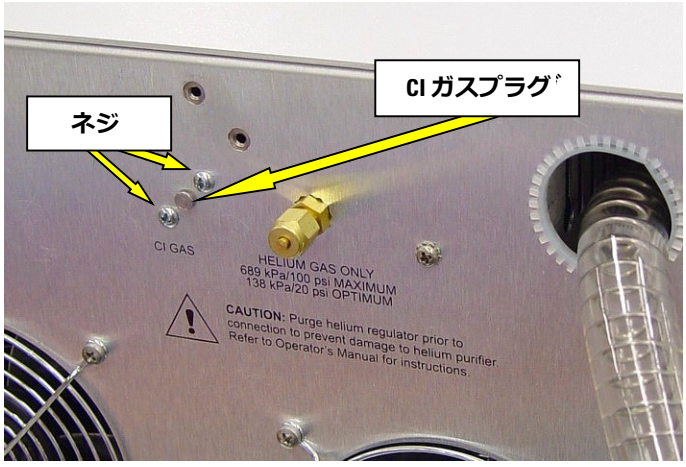


図 94　　ガス配管の接続

6 機器の背面で、CI シャットオフマニフォールドのプラグを留めている 2 本のネジを 2、3 回転させて緩めます。

7 プラグをねじりながらまっすぐ引き出して取り外します。

8 ガスシリンダーと CI シャットオフマニフォールドの間の供給ラインには、4 mL/min リストリクタチューブを使用します。チューブの MS 側では、エラストマー O- リングによってシールされるため、フェラルは不要です。

9 CI シャットオフマニフォールドの穴（プラグ用の穴）にリストリクタチューブをしっかりと差し込みます。2 本のネジを締めます。

10 ガスシリンダー上の調整器の 2 次バルブが閉まっていることを確認します。

11 ガスシリンダーのメイン制御バルブを開きます。

12 2 次バルブを開き、圧力バルブを約 20 psi に調整します。

13 MS ドアを開きます。CI GAS ニードルバルブを反時計回りに 1 回転させます。

14 次のようにしてガスラインを洗浄して空気と水蒸気を取り除きます。

a Diagnostics 画面でフォアライン圧力をモニタします。フォアライン圧力が 500 mTorr を 20 秒以上超えないようにします。

b 調整バルブを時計回りに回して圧力を下げます。

c **[System Control]** の **[Manual Control]** タブの **[Control and Status]** フィールドにある **[CI]** アイコンをクリックすることで、CI ガスソレノイドバルブを開きます。バルブが開くと、[CI] ボタンが緑色になります。

d CI 試薬供給ラインを約 30 分間真空排気します。

試薬ガス配管のリーク検査

Chapter 8, メトラブルシューティング の手順に従って、リーク検出ガスを使用して試薬ガスの接続部のエアリークとガスライン内の水蒸気を検査します。

リーク検出結果に適合する手順の変更を確認して実行します。

大きいエアリーク

1 機器背面の CI GAS フィッティングと圧力調整器のフィッティングがきつく締まっていることを確認します。

2 空気 / 水のスペクトルを確認します。

過剰な水蒸気

19/18 比が高い場合、ガスラインに水が入っているか、試薬ガス配管にエアリークがある可能性があります。以下の手順を実行します。

1 CI ソレノイドバルブを閉じて、マニフォールドへの試薬ガスの流入を停止します。必要なら、**[System Control]** の **[Manual Control]** タブの **[Control and Status]** フィールドにある **[CI]** アイコンをクリックします。バルブが閉まっている場合、[CI] ボタンは黒または赤になり、緑色では表示されません。

2 空気 / 水のスペクトルを再確認します。質量 19 のピーク（水）が減少した場合、ガスラインに水が入っているので、手順 3 を実行します。質量 19 のピークが大きく減少しない場合は、ガスラインにはほとんど水がなく、システムにエアリークがある可能性が高くなります。Chapter 8, メトラブルシューティング の手順に従ってリークの原因を改善します。以下の個所のリークを確認します。

- MS 背面の CI GAS ポート
- 試薬ガスラインと圧力調整器をつないでいるフィッティング

3 ガスラインを洗浄して過剰な水分を除去するには、次の手順に従います。

a EM、フィラメント、RF 電圧がオフになっていることを確認します。

b ガスシリンダーのメインバルブを開きます（圧力調整器の 2 次バルブは開いている必要があります）。

c CI ニードルバルブを反時計回りに 1 回転させて、ガスをフォアラインポンプに逃がします。

d CI ガスソレノイドバルブを開いて、システムを約 1 時間真空排気します。

e CI ガスシリンダーのメインバルブを閉じ、CI GAS ソレノイドバルブは開いたままにします。システムを約 15 分間真空排気します。

f 空気 / 水のスペクトルを再確認します。過剰な水が存在しない場合、次のセクションの「CI 試薬ガスの供給圧力の設定」手順を実行します。

内部モードでの CI 試薬流量の設定

1 CI ガスソレノイドバルブが閉まっていることを確認します。必要なら、**[System Control]** の **[Manual Control]** タブの **[Control and Status]** フィールドにある **[CI]** アイコンをクリックします。バルブが閉まっている場合、[CI] ボタンは黒または赤になり、緑色では表示されません。

2 ガスシリンダーのメインバルブを開きます。

3 調整器の圧力調整バルブで、ヘッド圧力を約 20 psi に設定します。

システムを CI モードで操作する準備が整いました。

CI 内部モードのパラメータ

表 4 CI 内部モードのパラメータ

試薬ガス	メタン	イソブタン	アセトニトリル	アセトニトリル -d3	メタノール
Reagent Low Mass (m/z)	15	35	35	35	25
Reagent High Mass (m/z)	45	65	60	60	50
Reaction Storage Level (m/z)	35	35	33	33	25
Ejection Amplitude (v)	15	15	15	15	15
Target TIC	5000	5000	5000	5000	5000
Maximum Ionization Time (sec)	2500	2500	2500	2500	2500
Maximum Reaction Time (sec)	100	100	100	20	100

重水素化試薬の場合は反応時間を短くしてください。反応時間を長くすると、バックグラウンド水の H/D 交換率が高くなるため、スペクトルの $[M+H]^+$ が上昇し、$[M+D]^+$ が低下します。

CI 試薬の外部モードのデフォルトパラメータ

表 5 CI 外部モードのデフォルトパラメータ

試薬ガス	メタン	イソブタン	アンモニア	アセトニトリル	d- アセトニトリル	メタノール
C Background (m/z)	45	65	35	60	60	50
Target TIC	5000	5000	5000	5000	5000	5000
Maximum Ionization time (sec)	2500	2500	2500	2500	2500	2500
Maximum Reaction time (sec)	100	100	100	100	20	100

標準的な CI 試薬のイオン強度

表 6　イオン強度の設定

メタン	次の条件を満たすように試薬ガス圧力を調整します。 • m/z 17（CH_5^+）のピーク高さが m/z 29（$C_2H_5^+$）のピーク高さの約 25%。 • m/z 17 と m/z 16 のイオンの比が約 10:1。 • m/z 41（$C_3H_5^+$）のイオンが観測される。
イソブタン	次の条件を満たすように試薬ガス圧力を調整します。 • m/z 57 [$(CH_3)_3C^+$] と m/z 43 [（CH_3）$_2CH^+$] のピーク高さがほぼ等しい。 • m/z 41（$C_3H_5^+$）に強度の高い試薬イオンが存在する場合がある。
アセトニトリル	次の条件を満たすように試薬ガス圧力を調整します。 • m/z 42 [CH_3CNH^+] のイオンが m/z 41 のイオンよりも 5 倍以上高い。これら 2 種類のイオンの間の谷の最小値は、m/z 41 イオンの高さの半分未満。 • m/z 54 のイオン [CH_3CHCNH^+] が、m/z 42 の高さの 10 ～ 15% で存在。トラップ内にアセトニトリルが多すぎると、フィラメントが短時間で消耗するおそれがあります。
アセトニトリル -d3	次の条件を満たすように試薬ガス圧力を調整します。 • m/z 46 のイオン [CD_3CND^+] が m/z 44 のイオンよりも 5 倍以上高い。 • m/z 58 のイオン [CD_3CDCND^+] が m/z 46 の高さの 10 ～ 15% で存在。
メタノール	次の条件を満たすように試薬ガス圧力を調整します。 • m/z 33 [$(CH_3OH)H^+$] がメインのスペクトル。 • m/z 32 にはピークがなく、m/z 31 と m/z 47 に小さいピークが存在。

イオントラップ内の試薬ガス圧は約 10 ～ 20 µTorr になります。CI 試薬分子はイオントラップ内のガス圧の約 1% を占めます。カラムフローからのヘリウム原子は、この圧力の 100 倍存在します。

外部モードでの CI 試薬流量の設定

1 メタン（またはイソブタン）CI ガスシリンダーのメインバルブを開き、調整器の第 2 段の圧力を 20 psi に設定します。

2 **[System Control]** を開きます。**[240 MS]** アイコンの下のチェックボックスを使用して、**[CI]** および **[Ion Gauge]** をオンにします。CI ラインがまだ真空排気されていない場合は、このプロセスを数分間実行します。

3 CI バルブを調整して、イオンゲージの測定値が 50 ～ 80 µTorr になるようにします。

ハイブリッドモードでの CI 試薬流量の設定

CI 試薬流量の設定方法については、『*240 MS* ソフトウェア操作マニュアル』を参照してください。

液体 CI インレットオプション

液体 CI は、内部イオン化 CI で有効なツールです。外部イオン源に十分な CI 試薬を入れるのは困難なので、液体 CI は外部 CI には使用できません。液体 CI インレットを取り付けた後、アセンブリを取り外さずに加圧 CI ガスと液体 CI 試薬を切り替えることができます。

ガス CI 試薬から液体 CI 試薬への切り替え

1 CI ガスリストリクタを機器背面の CI シャットオフブロックに接続している 2 本のネジを緩めます。液体 CI リストリクタが液体 CI インレットアセンブリに接続されていない場合、L- ブラケットをアセンブリに接続している 2 本のネジを緩めます。

2 4 mL/min ガスリストリクタを CI シャットオフブロックから取り外します。

3 液体 CI インレットアセンブリと CI シャットオフブロックの間に液体 CI リストリクタを取り付けます。

- 内部モードでは、50 mL/min リストリクタ（部品番号 0393002401）を使用します。
- ハイブリッドモードでは、200 mL/min リストリクタ（部品番号 0393144001）を使用します。

4 ネジを締め付けます。

5 Table 6 on page 179 のガイドラインに従って、CI 試薬ガス流量を調整します。

リザーバーバルブ（液体 CI 試薬容器）の充填

1 CI バルブが閉まっていることを確認します。液体 CI リザーバーカバーを固定している 4 本のネジを緩めます。ネジはブロック内に残しておいてかまいません。

2 リザーバーカバーを取り外します。

3 バルブをやさしく引き下げて、ブロックから取り外します。O- リングと O- リングリテーナはバルブに取り付けたままでかまいません。

4 バルブを、スタンドの役割を果たすリザーバーカバー内に入れます。

5 O- リングリテーナをバルブの柄にかけます。

6 O- リングをバルブの柄に固定します。

7 1 mL シリンジを使用して、バルブの半分まで液体 CI 試薬を充填します。これには、約 3 mL の試薬が必要となります。

8 バルブ、リテーナ、および O- リングを使用してリザーバーカバーを拾い上げて、バルブの柄をブロックに差し込みます。

9 4 本のネジでカバーを留めるようにカバーの向きを定めます。4 本のネジを締めます。プラスチック製カバーのネジ山をすり減らさないように注意してください。

10 フィラメントまたは EM をオンにするには **[Manual Control]** から CI バルブを開いた後、2 ～ 3 分待ってからにします。

液体 CI 試薬からガス CI 試薬への切り替え

CI ガスラインを元どおり取り付けるためには、液体 CI インレットアセンブリを取り外す必要はありません。

1 液体 CI インレットリストリクタを機器の背面に接続している 2 本のネジを緩めます。

2 L- ブラケットを液体 CI インレットブロックに接続している 2 本のネジを緩めます。

3 機器の背面に差し込まれている液体 CI リストリクタの先端を取り外し、リストリクタを回転させてじゃまにならないようにします。

4 ガス配管と CI シャットオフブロックの間の、L- ブラケットの下に、4 mL/min CI ガスリストリクタ（部品番号 393059701）を取り付けます。

5 ネジを締め付けます。

6 179 ページの「標準的な CI 試薬のイオン強度」の表に従って、CI 試薬流量を調整します。

警告　**本書に記載されていない方法で機器を操作すると、怪我をするおそれがあります。**

6
ロータリーベインポンプのメンテナンス

メンテナンススケジュール 186
オイルレベルの確認 186
フォアラインポンプオイルの交換 186
オイルミストカートリッジの交換 190

この章では、オイルシールドフォアラインポンプの正常動作を維持する方法を示します。

Agilent Technologies

メンテナンススケジュール

メンテナンス作業のスケジュールについては、クイックリファレンスを参照してください。

オイルレベルの確認

ポンプオイルのレベルと状態の確認は、ポンプの動作がオフで温かい状態で行うのが最善ですが、ポンプの動作中であってもある程度正確な推定は可能です。オイルレベルは、監視窓ガラスから見て最大レベルと最小レベルの間にあることが必要です。オイルレベルが最小レベル未満の場合は、レベルが最大レベルと最小レベルの中間になるまで、漏斗を使用してフィラーポートからオイル（部品番号 8829951700）を徐々に追加します。

フォアラインポンプオイルの交換

この手順は、DS-102 専用です。スクロールポンプはオイルを使用しません。

ポンプの性能を最高に維持し、寿命を最大にするため、オイルが黒ずんで焼け焦げた匂いがする場合、または最低 1 年に 1 回、ポンプオイルを交換してください。オイルの交換は、オイルが温かい間に行いますが、ポンプ停止直後は避けます。

準備するもの

- 5/16 インチアレンスパナ
- フォアラインポンプオイル、部品番号 8829951700
- 使用済みオイル用の 1.0 リットル（1 US qt）以上のコンテナ

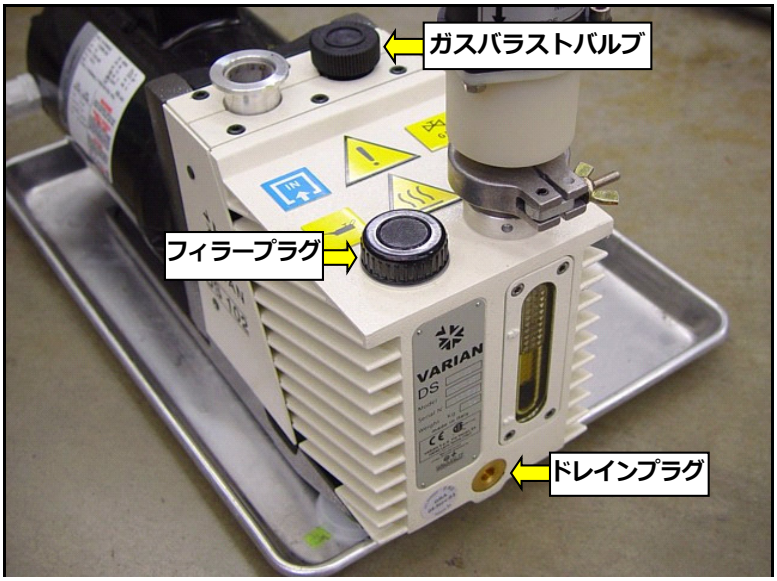


図 95　　DS-102 ポンプ

オイル交換の準備

1　70 ページの「MS をオフにする」の手順で、MS をオフにしてベントを行います。

警告　**感電の危険：危険な高電圧に注意してください。電源コードを抜きます。**

2　MS の後部からポンプの電源コードを取り外します。

警告　**表面は高温になります。十分に注意してください。オイル交換を行う前に、ポンプが手で触れる程度まで冷めるのを待ちます。**

3 クランプリングを取り外して、フォアラインポンプから真空ホースを取り外します。

4 ホースを引き抜き、きれいなリントフリー表面にシールを置きます。

フォアラインポンプを高さのある設置面に慎重に置きます。表面は、古いオイルを受けるための 1.0 リットル（1 US qt）以上の容量のコンテナをドレインポートの下に置くのに十分な高さでなければなりません。開口部の直径が 6 インチ（15 cm）以上のコンテナを使用します。

5 オイルパンをドレインポートの下に置いて、流出するオイルを受け止めます。

警告 **ポンプの重さは 22 kg（48 lb.）以上です。怪我を避けるため、適切な方法で持ち上げてください。**

警告 **化学物質の危険：使用済みポンプオイルには、危険な化学物質が含まれている可能性があります。皮膚に接触しないよう注意してください。**

警告 **目と皮膚を保護する適切な保護具を使用してください。**

オイルの交換

1 ポンプ上部からフィラープラグを取り外します。

2 コンテナでオイルを受けながら、5/16 インチアレンスパナでドレインプラグをポンプからゆっくりと取り外します。

警告 **化学物質の危険：使用済みのポンプオイルには、MS サンプルの有毒な残留物が蓄積しています。該当する規制に従って、使用済みのすべてのポンプオイルを処理します。危険な化学物質を警告するラベルをコンテナに添付します。**

3 ポンプを前方に傾けて、オイルの流出が止まるまでそのままにします。
4 ポンプを元に戻して、プラグを取り付け直します。
5 吸引ポートを開いた状態でポンプを約 10 秒間動作させます。これにより、残留オイルがポンプブロックから除去されます。

警告 **この操作中に、排気ポートから放出されるオイルミストを吸い込まないように注意してください。**

6 プラグを外し、ポンプを傾けて残りのオイルを排出させます。
7 ポンプを元に戻します。
8 排出ポートに残っているオイルを拭き取り、ドレインプラグを取り付け直します。
9 ポンプオイルが特に汚れている場合は、page 189 の メポンプオイルのフラッシングŁ の手順でポンプをフラッシングします。
10 監視窓ガラスから見えるオイルレベルが最大レベルになるまで、フィラーポートを通じて、新しいオイル（部品番号 8829951700）をポンプに充填します。
11 フィラープラグを取り付けます。
12 オイルミストカートリッジを取り付けます。

ポンプオイルのフラッシング

ポンプからオイルを排出した後（上記のステップ 1 ～ 12）、オイルが非常に汚れている場合、ポンプをフラッシングしてポンプオイルを除去します。

警告 **この操作中に、排気ポートから放出されるオイルミストを吸い込まないように注意してください。**

1 注入ポートを通じて 330 mL（0.35 US qt）の新しいポンプオイルを注入し、ポンプを作動させます。
2 ポンプを停止し、ポンプをフラッシングしたオイルを排出して、さらに新しいオイルを充填します。
3 オイルミストカートリッジを交換します。

オイルミストカートリッジの交換

オイルを交換するときに、ポンプの排気ポート上にあるオイルミストエリミネータのカートリッジを交換します（図 96）。カートリッジ 2 個のパッケージの部品番号は 2710100200 です。

カートリッジが飽和状態になると、過剰なミストやオイルが噴き出し、カートリッジ交換が必要になります。

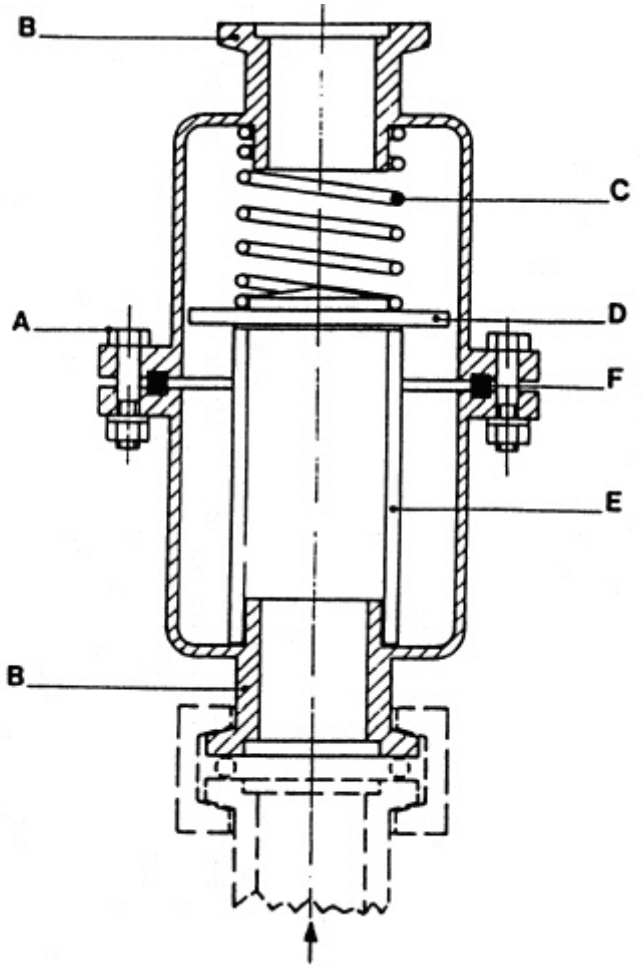


図 96　　オイルミストカートリッジ

オイルミストエリミネータを分解するには：

1 アセンブリのネジ **A** を取り外します。
2 上部ハウジング **B** を取り外します。
3 スプリング **C** を取り外します。
4 バルブ **D** を取り外します。
5 カートリッジ **E** を取り外します。
6 O- リング **F** を取り外します。
7 乾いたティッシュで部品をクリーニングします。
8 石けん水で油脂を除去します。
9 きれいな水で洗浄して乾かします。

オイルミストエリミネータを組み立て直すには：

1 下部ハウジング **B** に新しいカートリッジを取り付けます。
2 そっと押し込んで確実に接続します。
3 バルブ **D** を磨かれた側をカートリッジに向けて取り付けます。
4 スプリング **C** をバルブの中央に置きます。
5 ガスケット **F** を溝に入れます。
6 アセンブリ全体を第 2 ケース **B** で覆います。
7 ネジ **A** を差し込んで締めます。

7 ドライスクロールポンプの日常メンテナンス

メンテナンススケジュール 194
ポンプのパージ 194
チップシールの交換 194

この章では、ドライスクロールフォアラインポンプの正常動作を維持する方法を示します。

Agilent Technologies

メンテナンススケジュール

メンテナンススケジュールについては、クイックリファレンスを参照してください。

ポンプのパージ

3 か月ごとに、ポンプを 1 ～ 2 分間大気中で動作させてフラッシングします。

チップシールの交換

チップシールの交換には以下の工具と材料が必要です。

- チップシール交換キット（部品番号 IDP3TS、交換用チップシールと O- リングを含む）
- 4 mm アレンスパナ
- かみそりの刃または小型の工作用ナイフ
- 圧縮空気（オプション）
- トルクレンチ、5.6 N*m（50 ポンド * インチ）、4 mm 六角ドライバ付き

警告 **危険なガスをポンプで吸引した場合、ポンプを分解する前に空気または不活性ガスで 10 分以上フラッシングしてください。**

消耗したチップシールの取り外し

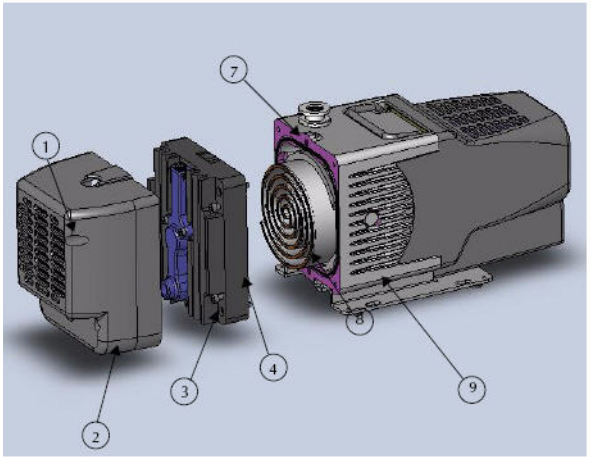


図 97 IDP-3 ドライスクロールポンプ

表 7 IDP-3 ドライスクロールポンプの部品

1. フロントカウリングボルト、M5、(4)	6. メイン O- リング、Parker no. 2-160 (図にはなし)
2. フロントカウリング	7. 位置決めピン、(2)
3. フレームボルト、M5、(4)	8. 旋回スクロール
4. 外部ハウジング	9. フレーム
5. チップシール (図にはなし)	

1 ポンプを電源から切り離します。

2 4 つの M5 ソケットヘッドボルト (項目 1) を取り外します。

3 フロントカウリング (項目 2) を取り外し、電気コネクタを外し、カウリングを横にどけます。

4 4 つの M5 ボルト (項目 4) を取り外します。

5 外部ハウジングを軸方向にフレームから取り外します (項目 5)。

6 消耗したチップシール (項目 6) を取り外して廃棄します。

7 メイン O- リング（項目 7）を取り外して廃棄します。

8 圧縮空気が使用できる場合、残っているシールの破片を吹き飛ばします。シールの破片が側面に付着している場合、かみそりの刃または小型の工作用ナイフで破片を削り取ります。

新しいシールと 0- リングの取り付け

1 旋回スクロール用と外部ハウジングスクロール用の新しいチップシールを包装から出します。

2 以下の手順で、旋回スクロールの溝に正しいチップシールを取り付けます。

   a 裏側の発泡材を溝に入れて、シールを挿入します。白いプラスチック面が上側になるようにします。

   b シールの中央をまず溝に入れ、外側に向かって押し込んでいきます。

   c 溝の端から約 3 mm （1/8 インチ）外側までを残して、余ったチップシールを切り落とします。

3 旋回スクロール用チップシールの手順 2 を実行して、外部ハウジングスクロールの溝に正しいチップシールを取り付けます。

4 フレームの溝に汚れがないことを確認して、新しいメイン O- リングをフレームの溝にはめ込みます。

5 外部ハウジングのシーリング面に汚れがないことを確認します。位置決めピンを合わせながら、外部ハウジングを慎重に取り付けます。チップシールが溝に入っていることを確認します。

6 4 つの M5 ボルト（項目 4）を取り付け、5.6 N*m（50 ポンド * インチ）のトルクを掛けます。

7 フロントカウリングの電気コネクタを接続します。

8 フロントカウリングを取り付け、M5 ボルトで固定します。

9 ポンプを接続します。

ポンプのテスト

1 ポンプを 5 秒間動作させます。フロントファンが動作していることを確認します。大きい騒音が聞こえる場合や、動作がスムーズでない場合は、チップ

シールまたはメイン O- リングが正しく取り付けられていない可能性があります。

2 ポンプを分解し、必要なら修理します。

3 4 つの M5 ボルト（項目 4）を取り付け、5.6 N*m（50 ポンド * インチ）のトルクを掛けます。

4 フロントカウリングの電気コネクタを接続します。

5 フロントカウリングを取り付け、M5 ボルトで固定します。

6 ポンプを接続します。

7 ポンプを 5 秒間動作させます。フロントファンが動作していることを確認します。大きい騒音が聞こえる場合や、動作がスムーズでない場合は、チップシールまたはメイン O- リングが正しく取り付けられていない可能性があります。

8 ポンプを分解し、必要なら修理します。

新しいチップシールを取り付けた場合、ポンプの速度仕様とベース圧力仕様を満たすには、数時間程度の動作が必要な場合があります。

8
トラブルシューティング

GC/MS の問題の切り分け 200
データシステムの確認 200
GC の確認 200
MS の確認 201
スペクトルのトラブルシューティング 202
冷却ファンの確認 205
リークの確認 206
高い水レベルの改善 211
カラムテスト混合物を使用したトラブルシューティング 212

Agilent Technologies

GC/MS の問題の切り分け

以下の順序でシステムを確認して、問題を特定します。

1 データシステム
2 ガスクロマトグラフ
3 MS

データシステムの確認

関連するソフトウェアのトラブルシューティング手順については、240 GC/MS ソフトウェアのリリースノートを参照してください。

GC の確認

GC の問題を切り分けるには、テストサンプルを分析して、キャリアガス供給、クロマトグラフ特性、およびその他のパラメータを確認します。

注入口とカラムの問題のトラブルシューティングには、COLTEST 混合物を分析します。詳細は、212 ページの「カラムテスト混合物」を参照してください。

GC の問題の原因を特定しやすくするには、GC キーパッドの [Logs] キーを押して、イベントまたはランログを表示します。GC ランログのライトはエラーの発生を示すことがあります。

MS の確認

データシステムにも GC にも問題が見つからない場合は、MS と、データシステムとの間の通信チャンネルを確認します。イオントラップの一般的な問題として、レスポンスなし（スペクトルが出ない）、低レスポンス、低分解能、マスずれなどがあります。

MS ワークステーション診断テストを使用して、エアリーク、フィラメントの焼きつき、電子部品の障害といったイオントラップの問題を切り分けることができます。MS ワークステーションの 240 MS サービスディレクトリ（C:\AgilentWS\240-MS Service）には、内部モード（240-MS Int Service.mth）および外部モード（240-MS Ext Service.mth）用のサービスメソッドがあります。これらのメソッドを [Manual Control] で使用することにより、空気、水、炭化水素バックグラウンドレベルの上昇、質量校正、分解能の問題などの一般的な問題を特定できます。

イオントラップの問題を切り分けるには、以下の手順を実行します。

1 カラムを注入口から取り外し、空気が入るのを防ぐために端にセプタムをはめ込みます。

2 カラムと MS トランスファラインを室温に維持して、液相の劣化を防ぎます。この手順を完了するために MS 真空システムをベントする必要はありません。

MS の問題をさらに切り分けるには、次の手順でカラムをイオントラップから取り外します。

1 システムをシャットダウンします。

2 MS トランスファラインに無孔フェラルをかぶせます。

スペクトルのトラブルシューティング

トラブルシューティングを開始する前に、次の手順を実行します。

1 240-MS を 2 時間以上焼き出しします。

2 **[Diagnostics]** を実行して、ハードウェアの問題があるかどうかを判定します。

問題が解決されない場合、以下の情報を使用して、問題の原因を特定して解決します。

スペクトルが表示されない

[Manual Control] の **[Ion trap]** アイコンをクリックしたときに、質量範囲に関係なくスペクトルが表示されない場合は、次の問題が存在する可能性があります。

- フィラメントが切れている
- ターボ分子ポンプが停止している
- RF の調整が必要
- 機器パラメータが不適切
- トラップの組み立てが正しくない
- EM の障害
- 電子部品の問題
- 焼き出しが不十分

切れているフィラメントの確認

診断を使用して、1 つまたは両方のフィラメントが切れているかどうかを判定し、切れているものを交換します。

ターボ分子ポンプの確認

診断を使用して、ターボ分子ポンプの速度を確認し、ポンプ速度が 100±2% の範囲内でないときは、冷却ファンを確認します。

RF 調整の確認

RF 調整が必要かどうかを確認します（特にイオントラップ温度を変更した後）。

パラメータ設定の確認

メソッドパラメータを確認し、必要なら調整します。Ionization Storage Level で設定されたイオンをトラップ内に保持することを確認します。

スペクトルが戻った場合は、どのパラメータが問題の原因かをメモします。スペクトルが存在せず、トラップを最近分解した場合は、トラップアセンブリを確認します。

イオントラップアセンブリの確認

トラップコンポーネントが正しく組み立てられていることを確認し、必要な場合は組み立て直します。

EM の確認

EM を確認し、必要なら交換します。

高質量スペクトルピークの消失

- エアリークを確認し、必要なら修理します。
- RF ランプ調整を確認します。
- トラップ温度を 150 ℃ に下げて、熱平衡状態になるまで待ちます。トラップ温度が高すぎる場合は、614 m/z イオンの高さが低下し、502 m/z のピークが消失する可能性があります。
- メソッドパラメータを確認します。

スペクトルの一部が見つからない

高質量または低質量のイオンが見つからず、スペクトルの中央部分のイオンが影響を受けない場合の解決方法：

- RF を調整します（特にイオントラップ温度を最近変更した場合）。
- イオン化 RF ストレージレベルがスキャン範囲に適合していない場合は調整します。
- トラップ温度が高すぎる場合は下げます。トラップオーブン温度を 150 ℃に下げて、熱平衡状態になるまで待ちます。

空気・水が正常レベルにおいて分解能が得られない場合

ピーク幅の広がりを解決するには：

- 高レベルのカラムブリードを確認し、必要なら修理します。高レベルのカラムブリードがあると、トラップに過剰なイオンが入ります。
- 汚染を確認し、必要ならシステムをクリーニングします。汚染からのイオンがあると、トラップに過剰なイオンが入ります。
- 補助 waveform の値を確認し、必要なら調整します。

トラップ内のイオン量の確認　トラップをオンにした状態で、TIC（トータルイオン電流）値をメモします。フルスキャンモードで TIC 値が 20,000 カウントを超えている場合は、トラップされているイオンの数を減らします。

オートチューニングの実行　問題がある可能性がある場合は、オートチューニングを実行して補助波形をリセットします。

高質量での高いベースラインのトラブルシューティング

質量数 400 ～ 1000 の範囲でベースラインが急上昇する場合は、電極表面に粒子が付着している可能性があります。

以下の手順で、電極上の粒子を確認します。

1 [Manual Control] で、C:\AgilentWS\240-MS Service\240-MS（IntまたはExt）Service.mth を起動します。

2 セグメント 2 で、[Trap] をオンにし、[Ion Source] をオフにします。
- トラップに粒子がない場合、ベースラインより上のスパイクは大きくなく、ベース量は 10 未満です。
- スパイクがある場合や、ベース量が 10 より大きい場合は、スパイクの原因は粒子です。圧縮不活性ガスを使用して、トラップ内部とマニフォールド領域から粒子を除去します。

冷却ファンの確認

注意 過熱するのを防ぐため、吸引口をふさがないように注意してください。

MS には背面パネルに 2 つのファンがあり、ターボ分子ポンプと電子部品に最適な温度を維持する働きをします。ファンがない場合は、ターボ分子ポンプと温度に敏感なプリント基板コンポーネントの寿命が短くなります。冷却システムの適切な動作を維持するため、MS はカバーを所定の位置に使用して操作します。ファンは最低週 1 回確認します。

1 メイン電源スイッチとサービススイッチがオンになっていることを確認します。

2 1 つのファンガードの上に 1 枚の紙を置きます。

- 紙がファンガードに向かって引き寄せられる場合は、ファンは動作しています。
- 紙がファンガードに向かって引き寄せられない場合は、ファンは故障しています。交換については、Agilent カストマサポート担当者にお問い合わせください。

3 ファンからヒューヒューという音やブンブンという音が出ている場合は、故障のおそれがあるので交換します。

4 2 つ目のファンを同じ方法でチェックします。

リークの確認

毎日サンプルを分析する前に、空気や水のリークがないかシステムを確認してください。

リークは GC/MS に頻繁に起きる問題です。エアリークがあると、感度が低下したり、チューニングの問題が発生したり、分解能が低下したりするおそれがあります。リークがあると、キャピラリカラム、フィラメント、ターボ分子ポンプ、EM の寿命が短くなる場合があります。

リーク確認の準備

1. C:\AgilentWS\240-MS Service\240-MS（Int または Ext）Service.mth を起動します。
2. セグメント 1 で、トラップをオンにします。
3. カラム流速が 1.0 mL/min であることを確認します。
4. GC/MS 温度を次のように設定します。
   - トラップ温度：150 ℃
   - MS トランスファライン温度：270 ℃
   - マニフォールド温度：35 ℃
   - イオン源温度：150 ℃
5. カラムオーブン：100 ℃、注入口温度：100 および 230 ℃

注意

シューという音が聞こえる場合は、EM、RF 電圧またはフィラメントをオンにしないでください。このような音は、極端なフィッティングの緩み、O- リングの不十分な固定、開いたバルブなどによる重大なエアリークが原因である可能性があります。

[Diagnostics] セクションで、ターボ分子ポンプが 100% の速度で動作していることを確認します。そうでない場合は、重大なエアリークが発生しています。

システムの診断

- 質量数 18（H_2O^+）と質量数 19（H_3O^+）のピークの高さの比が約 10:1 の場合、水蒸気量はわずかであり、システムは正常に動作しています。
- 質量数 18 と質量数 19 のピークの高さの比が 5:1 ～ 10:1 の場合は、システムの焼き出しを行います。
- 質量数 18 と質量数 19 のピークの高さの比が 10:1 よりかなり小さい（19 が相対的に大きい）場合は、システムに過剰な水蒸気が含まれています。システムの焼き出しを行います。

大きいエアリークがなく水蒸気も少ない

- 水蒸気の量に応じて、質量数 18（H_2O^+）のピークが基準（最高）ピークになる可能性があります。
- 質量数 18（H_2O^+）と質量数 19（H_3O^+）のピークの高さの比は 10:1 以上です。
- ベースピークカウントの値は 500 よりも大幅に小さくなっています。
- 質量数 28 と質量数 32 のピークの高さの比は約 4:1 です。

システムに空気または水の漏れがない場合は、値はおおむね次のようになります。

ベース量	TIC	18:28 の比率	19:18 の比率	28 の幅
< 500	< 5000	約 1:1	10 ～ 15%	< 1 m/z

わずかなエアリークがあり水蒸気がほとんどない場合の特徴

- 質量数 28 のピークの高さは、質量数 18 のピーク高さを著しく上回っています。
- ベースピークカウントの値は 500 よりも大きくなっています。
- 質量数 18 と 19 のピークの高さの比は 10:1 以上です。

中程度のエアリークがあり水蒸気がほとんどない場合の特徴

- 質量 28 のピークは過負荷になり始めています。
- ベースピークカウントの値は数千カウントになる可能性があります。

大きいエアリークがあり水蒸気がほとんどない場合の特徴

- 質量数 18、19、28、32 のピークは幅が広くなっています。
- リークが大きくなると、すべてのピークの幅が広くなり、最終的には区別できなくなります。

大きいエアリークの修理

大きいエアリークの代表的な原因は次のとおりです。

- マニフォールドフランジの O- リングシール上の粒子または O- リングシールの損傷
- MS トランスファラインの O- リングシール上の粒子または O- リングシールの損傷
- MS トランスファラインナットの緩み
- ターボ分子ポンプとマニフォールド間の O- リングシールの異常

注意 リークを大きくするのを避けるため、フィッティングを締めすぎないようにしてください。

上記の手順を実行してもリークが改善されない場合は、次の手順を実行します。

1 システムをベントします。

2 マニフォールドの O- リングと MS トランスファラインの O- リングに粒子が付いていないかどうかを確認します。

3 両方の O- リングをローリントティッシュで拭きます。

ターボ / マニフォールドインターフェイスにリークまたはシールの異常がある場合、ターボ分子ポンプが 100% の速度に達しない可能性があります。100% より低い速度でシステムを動作させないでください。

小さいエアリークの修理

小さいエアリークまたは中程度のエアリークの特徴は以下のとおりです。

- 質量数 28 のピークは、質量数 18 のピークよりはるかに高くなります。
- エアリークによって、特に高湿度環境では、水のバックグラウンドが大きくなることがあります。含まれている水蒸気が増えると、19:18 の強度比が 20% 以上大きくなることがあります。

GC 接続の確認

詳細については GC メンテナンスの章を参照してください。

キャピラリカラムと注入口または MS トランスファライン間の接続部分のリークを特定して修理するには、次の手順を実行します。

- フェラルのサイズが適切かどうかを確認します。たとえば、0.25 mm ID カラムには 0.4 mm、0.32 mm ID カラムには 0.5 mm のサイズのフェラルが必要です。
- MS トランスファライン上のフェラルがグラファイト /Vespel 混合フェラルであることを確認します。MS トランスファラインの接続部分のリークは、ほとんどの場合 MS トランスファラインの O- リングの周囲の高真空側で発生します。
- それぞれのグラファイト /Vespel フェラルを通常の手締めよりも半回転多く回して締め付けます。
- セプタムナットの緩みやセプタムの使いすぎから生じるセプタムのリークを防ぐため、日常の GC メンテナンスプログラムの一部として、定期的にセプタムを交換してください。セプタム材料からシステムおよびバックグラウンドへの空気の流入レベルを軽減するため、高品質の低ブリードセプタムを使用します。
- GC フィルタは定期的に交換します。フィルタが飽和状態になっていると、空気と水のバックグラウンドが増大する場合があります。GC からの水分やその他のバックグラウンドノイズが問題になった場合は、フィルタを交換します。

リーク検出ガスによるエアリークのトラブルシューティング

ジフルオロエタン（Dust-Off）などのリーク検出ガスを使用して、リークを探します。MS トランスファラインの高真空側のリークにガスを吹き付けると、すぐにレスポンスが表れます。リークが GC 注入口からの場合、MS には約 90 秒後にレスポンスが表れます。これは、ガス分子がキャピラリカラムを通って移動するのに時間がかかるからです。

- リークが注入口に生じている場合、システムをベントせずにリークを修理します。GC ゾーンが冷却されるまで待ってから開始します。
- リークが MS トランスファラインの O- リングシールから発生している場合は、まず GC/MS システムをシャットダウンしてベントします。

[Manual Control] で、C:\AgilentWS\240-MS Service\240-MS （Int または Ext）Service.mth メソッドのリークセグメントを使用します。必要なら、検出ガスに合わせて質量範囲を編集します。

ガスをフィッティングの周囲にむやみに吹き付けないください。リーク検出ガスは、テストしているフィッティングから急速に拡散して、実際のリーク部分に達します。このため、テストしているフィッティングがリークの原因であると誤って判定するおそれがあります。

リークがないか確認するには

1 アナライザに最も近い MS トランスファラインにリーク検出ガスをごく少量吹き付けます。

2 表示をモニタします。

- ガス化合物の質量のピークが表示されない場合、リークは MS トランスファラインシールにはありません。
- ピークが表示される場合、リークは MS トランスファラインシールにあります。MS トランスファラインの O- リングの表面に粒子が付着している可能性があります。システムをシャットダウンして、O リングを確認します。

次のガスケットおよびフィッティングにリークがないか確認し、フィッティングとフランジを締めます。リーク検出ガスの使用の間には少し時間を置きます。

- ニューマティックマニフォールド
- ベントバルブフィッティング
- 真空マニフォールドフランジ
- MS トランスファラインナット
- 注入口カラムナット
- セプタムナット

高い水レベルの改善

過剰な水蒸気の原因としては、次のものが考えられます。

- システムのベント後の焼き出し時間の不足（少なくとも 2 時間が必要）
- イオントラップの洗浄
- キャピラリカラムの交換
- キャリアガスタンク
- 空気中の高い湿度
- 外部モードの場合、消耗したヘリウムゲッター

水のバックグラウンドは、システムをベントした後とトラップのクリーニング後に高くなる可能性があります。システムの焼き出しを 2 時間以上行うと、真空システムの表面から水蒸気が除去され、水レベルは減少します。質量数 18 と 19 のピークが同じ高さの場合は、システムを動作させないでください。

システムの焼き出しを一晩行っても過剰な水が存在する場合、キャリアガスタンク内の水、冷たい場所に集まった水分、またはエアリークが原因である可能性があります。

GC 上のフィルタが飽和状態になっていると、空気 / 水のバックグラウンドが増大する場合があります。フィルタを定期的に交換し、GC バックグラウンドのノイズが増えた場合にも交換してください。

カラムテスト混合物を使用したトラブルシューティング

ほとんどの問題の調査には、GC/MS カラムテスト化合物（部品番号 392027300）が使用できます。COLTEST メソッドが C:\AgilentWS\240-MS Service ディレクトリに用意されています。

次の手順では、30 m VF-5ms カラム（0.25 mm ID、0.25 µm フィルム厚）を使用してカラムテスト混合物を分析するときのクロマトグラフ条件と予期される結果について説明します。

カラムテスト混合物

カラムテスト混合物には、以下の 12 種類の化合物が、1 ～ 5 ng/µL の範囲の濃度で含まれます。

表 8 テスト混合物の成分

化合物	式	整数質量	定量質量数
デカン	$C_{10}H_{22}$	142	57
1- オクタノール	$C_8H_{18}O$	130	69
ウンデカン	$C_{11}H_{24}$	156	71
ノナナール	$C_9H_{18}O$	142	67
2、6- ジメチルフェノール	$C_8H_{10}O$	122	107
2- エチルヘキサン酸	$C_8H_{16}O_2$	144	73
2、6- ジメチルアニリン	$C_8H_{11}N$	121	106
デカン酸、メチルエステル	$C_{11}H_{22}O_2$	186	74
ウンデカン酸、メチルエステル	$C_{12}H_{24}O_2$	200	87
ジシクロヘキシルアミン	$C_{12}H_{23}N$	181	138
ドデカン酸、メチルエステル	$C_{13}H_{26}O_2$	214	143
ヘキサクロロベンゼン	C_6Cl_6	282	284

COLTEST 混合物のメソッドパラメータ

注入口条件

温度を 240 ℃ に設定します。

流量を 1.0 mL/min に設定します。

モードをスプリットレスに設定します。

スプリットモードを 1.0 分でオンにします。

スプリット比を 100 に設定します。

MS 温度条件

1 MS トランスファラインと GCHI の温度を 250 ℃に設定します。
2 トラップ温度を 150 ℃ に設定します。
3 マニフォールド温度を 40 ℃に設定します。
4 240-MS が外部モードの場合、イオン源温度を 150 ℃ に設定します。

クロマトグラフの問題のトラブルシューティング

カラムテスト混合物には、1- オクタノール、2,6- ジメチルフェノール、2,6- ジメチルアニリンなどの極性成分や活性化合物が、ヘキサンに溶解されています。非極性成分や不活性化合物としては、デカンとドデカンがヘキサン中に約 1 ppm 存在します。混合物を分析することによって、注入口 / カラム内の溶媒テーリング、カラム効率、デッドボリューム、活性点などに関する情報が得られます。以下の情報を利用して、クロマトグラフの問題のトラブルシューティングを行います。

溶媒のテーリングまたは範囲の拡大の問題

考えられる原因	解決策
注入口デッドボリューム	カラムを注入口に再度取り付けます。カラムの先端をルーペなどで観察して、カットが良好であることを確認し、必要なら再カットします。
高温注入口の溶媒のフラッシング	注入速度を下げます。可能であれば、注入口温度を下げます。サンドイッチ注入を使用する場合は、溶媒プラグを 0.5 µL に減らします。
セプタムパージラインの詰まり	セプタムパージフローが 3.5～4.5 mL/min で、ヘッド圧力が 10 psi であることを確認します。必要ならバルブ設定を調整します。
スプリットレス注入後の不適切な注入口のパージ	スプリットレス注入では、ベントフローを 70 mL/min 以上に維持する必要があります。注入口は、注入の 30 ～ 90 秒後にスプリットモードに切り替わる必要があります。

活性化合物のピークテーリング

考えられる原因	解決策
注入口インサートまたはライナー内の活性点	注入口インサートを交換またはクリーニングします。必要ならシラン処理します。
カラム内の活性点または劣化相	カラムのフロント部分 15 cm を除去して再度取り付けます。リテンションタイムが変化した場合、またはカラムをカットしても問題が解決されない場合は、カラムを交換します。

高沸点化合物の低レスポンスおよび著しいテーリング

考えられる原因	解決策
注入口温度が低すぎる	注入口の温度を上げます。
高レベルのカラムブリード	カラムを最大使用温度よりも 30 ℃ 低い温度でコンディショニングします。コンディショニングでも改善しない場合は、高温カラムに切り替えます。
イオントラップ表面の汚染	「メンテナンス」セクションで説明されているとおりにイオントラップをクリーニングします。

考えられる原因	解決策
高沸点コンポーネントの不十分な気化	注入口温度を上げ、注入速度を下げます。
トラップ温度が低すぎる	トラップ温度を 20 ℃ 刻みで上げます。

リーディングサンプルピーク（リバーステーリング）

考えられる原因	解決策
カラムの過負荷	サンプルを希釈するか、スプリット注入を実行します。
カラムの液相の劣化	カラムを交換します。
キャリアガス速度が低い	キャリアガス流量を増やします。

分解能が低い

たとえば、カラムテスト混合物内の 2,6- ジメチルフェノールと 2- エチルヘキサン酸などのピークが十分に分離されない場合があります。

考えられる原因	解決策
カラム温度またはプログラムが最適化されていない	メソッドを変更して分離を改善します。カラムランプ速度を下げると改善される場合があります。
キャリアガス流量が最適化されていない	キャリアガスの線速度を調整します。
カラムで試料を分離できない（沸点が近い）	極性の高いカラムを使用します。
カラムの液相の劣化	カラムを交換します。

ピークサイズの再現性が低い

考えられる原因	解決策
シリンジの漏れまたは部分的な詰まり	シリンジがサンプルを吸引していることを確認します。 ナットが締まっていることを確認します。 溶媒でシリンジをフラッシングします。 シリンジを交換します。
セプタムの漏れ	セプタムを定期的に交換するとともに、セプタムナットの締め付けを確認します。
注入口内のカラムの取り付け不良、またはカラム注入口の漏れ	注入口内のカラムの取り付けを確認します。キャピラリカラムナットを締め付けます。
注入口またはカラムでのサンプルの吸収	注入口インサートを交換します。カラムのフロント部分 15 cm を除去するか、カラムを交換します。
注入口内のサンプルの気化不良	注入口の温度を上げます。
注入口のスプリットが早すぎる	スプリットへの切り替え時間が最適化されているかを確認します。

ピークのスプリット（特に低沸点成分の）

考えられる原因	解決策
サンプルが 2 回注入のように注入される	注入口温度を下げます。
カラムの割れ	割れた部分を切り落として、カラムを取り付け直します。
注入口インサートに残っているセプタム片	インサートとセプタムを交換します。

予期しない余分なピーク

考えられる原因	解決策
セプタムブリード	高温、低ブリードのセプタムを使用します。セプタムパージフローを確認します。
サンプルバイアルからの可塑剤などの不純物質	新しいシリンジを使用して溶媒ブランクを分析して確認します。認証されているサンプルバイアルを使用して、サンプルを冷却状態にしておきます。
キャリアガスから生じる不純物質	キャリアガスフィルタを取り付けるか交換します。
注入口または GC ニューマティックの汚染	カラムを注入口から取り外します。20 mL/min 以上のスプリットベントフローを使用して、350 ℃ 程度の高温で焼き出しします。
サンプルの不純物質	ブランクまたは標準サンプルを分析して確認します。
セプタムから抽出された不純物質	新しいタイプのセプタムに切り替えるか、注入口温度を下げるか、注入ボリュームを減らします。
シリンジ洗浄溶媒中の不純物質	高純度グレードの溶媒に切り替えます。

分析間のリテンションタイムの違い

考えられる原因	解決策
不安定なキャリアガス流量	漏れがないかニューマティックを確認します。必要に応じて、流量コントローラまたはレギュレータを交換します。
カラムの汚染または劣化	カラムをコンディショニングするか交換します。
注入口リーク	定期的にセプタムを交換します。セプタムナットとキャピラリカラムナットの締め付けを確認します。

警告

本機器が本マニュアルの指定以外の方法で使用された場合、十分な安全性を実現できないおそれがあります。

8 トラブルシューティング

9
部品と消耗品

電子機器 220
ニューマティック 220
トップフランジに取り付けるアナライザ 221
マニフォールドに取り付けるアナライザ 223
化学イオン化 223
真空 224
0- リング 224
その他 225
標準およびテストサンプル 227
Agilent サービス 228

電子機器

表 9 電子機器

説明	部品番号
アセンブリ、シャーシファン、アナライザサイド	392530502
アセンブリ、MS トランスファラインヒーター	393141001
アセンブリ、ケーブル、電源、ターボコントローラ	393141701
ケーブル、フラット、EFC	393240301
バルブ、ソレノイド、2 方向、BUNA-N、ピン付き	393010204
バルブ、ソレノイド、2 方向、マニフォールドマウント、Chemrez シール、背面 CI	393010601
バルブ、ソレノイド、3 方向、マニフォールドマウント、Viton シール	393010703
アセンブリ、フレックス回路、ヒーター	393132501
アセンブリ、フレックス回路、フィラメント	393142001
アセンブリ、アダプタ、内部イオン源	393142501
アセンブリ、ケーブル、GC/MS スタート	G3931-60008

ニューマティック

表 10 ニューマティック

説明	部品番号
キット、ゲッター交換	393112491
キャリブレーションガスニードルバルブパーカー	393010001
ヘリウム EFC アセンブリ	393264101
チューブ、CI IN、ニューマティックブロック / ニードルブロック	393177201
CI ガスニードルバルブパーカー	393010101

表 10 ニューマティック（続き）

説明	部品番号
キャリブレーションガスバルブ、ソレノイド、3 方向、マニフォールドマウント、Viton シール	393010702
リベット、ソリッド、1/8 × 3/4 インチ	1778351200

トップフランジに取り付けるアナライザ

表 11 トップフランジに取り付けるアナライザ

説明	部品番号
アセンブリ、ゲート、内部イオン源、クリーン	393173901
アセンブリ、ベース、内部イオン源、クリーン	393173801
リング、中央、内部イオン源	393173701
プレート、保持、内部イオン源、クリーン	393173601
アセンブリ、イオン源、内部イオン化	393102091
スペーサ、クォーツ、クリーン、コーティングなし	393053501
スペーサ、クォーツ、クリーン、シルココーティング	393053502
アセンブリ、トラップ	393101801
アイソレータ、レンズおよびネジ	393161101
シールド、フレックス回路	393162201
スペーサ、磁石またはオーブン	393167101
つまみネジ、トラップオーブン	393167201
トラップオーブン半分、入口側	393102801
トラップオーブン半分、出口側	393102802
トラップオーブン接点スプリング	393180801
アセンブリ、トラップヒーター、外部イオン源	393102703
構造、磁石、外部、磁石穴付き	393167701

表 11 トップフランジに取り付けるアナライザ（続き）

説明	部品番号
構造、磁石、外部、磁石穴なし	393167702
アセンブリ、フィラメントディスク、長形	392017401
RF 電極、シルコスチールコーティング、クリーニング済み	393167593
アセンブリ、シルコエンドキャップ、プラグ付き	393164493
内部 MS トランスファラインチップ、クリーニング済み	393171201
スプリング、金メッキ、トラップ	393060501
ブロック、外部イオン源	393167001
磁石ホルダ	393167801
EI イオン化室	393167901
ガスケット、外部 イオン源	393168001
リテーナ、レンズ、ピン、外部イオン源	393168101
リング、センター、トラップ	393168301
アセンブリ、レンズ 1	393168401
アセンブリ、レンズ 2	393168501
アセンブリ、レンズ 3	393168601
アセンブリ、外部フィラメント、ベース、ポスト、フィラメント、ネジ付き	393161001
アセンブリ、外部イオン源	393101701
スプリング、外部イオン源、CI イオン化室退避	393175801
ディスク、磁石、クリーン	393176101
チップ、MS トランスファライン、外部	393171101
ホルダ、CI イオン化室	393160701
イオン化室、CI	393160801

マニフォールドに取り付けるアナライザ

表 12 マニフォールドに取り付けるアナライザ

説明	部品番号
アセンブリ、MS トランスファライン	393101201
クランプ、ターボ	393164001
アセンブリ、ベント柄	393168901
電極、変換、ダイノード	393169101
EM、チャンネル、モデル CEM 4755	393175101
ストラップ、高電圧、EM	393175301
注入口、ヘリウム、マニフォールドトラップ、ポリイミド	393175701
トグルベントレベルアセンブリ	393065501
スプリング、COMP、外径 0.210 インチ、直径 0.026 インチ、0.380L、SST	2171993500
スプリング、COMP、外径 0.720 インチ、0.055 ワイヤ、3.0 L、SH.587	2170926600
エルボー、真空	393172601

化学イオン化

表 13 化学イオン化

説明	部品番号
CI マニフォールド	393055501
CI ブロックフリットスペーサ	393179001
CI プレート	393055601
CI ガス注入口、マニフォールド	393177401
6-32 × 11/2 インチネジ	1222110624

真空

表 14 真空

説明	部品番号
キット、ターボ交換、V301	393111991
DS-102 用 GP オイルプレミアム	8829953800
DS-102 用 オイルミストカートリッジ交換（2 個パッケージ）	393847701
スクロールポンプチップシール	2710100400

O- リング

表 15 O- リング

説明	部品番号
O- リング、1.176 ID、0.070 DIA、Viton、クリーン	393010925
O- リング、2-135、1.925ID、0.103 DIA、Viton（MS トランスファライン）	393010920
Viton O- リング、トップフランジ PCB、2-148、7.484 ID、4 個組	393010924
BUNA O- リング、クリーン、0.125	393010910
O- リング、2-108、0.237 ID、0.103 DIA、Viton	393010907
O- リング、1.049 ID、0.103 DIA、Viton、クリーン	393010927
0.145 ID Viton O- リング	393010928
0.239 ID Viton O- リング	393010911
0.348 OD O- リング	390596009

その他

表 16 その他

説明	部品番号
PID 用ユニオン 1/16 SST、ELCD（HALL）	2869397600
1/8 インチ真ちゅうプラグ	2824707100
1/8 インチキャピラリカラムナット（GC を MS トランスファラインに接続）	394955100
ゲッター取り付けクリップ	CR21304
高真空グリース	8829944000
Viton フェラル	391714250
Viton フェラルワッシャ	391715700
ケーブルタイ	2211965000
フィッティング、ネジプラグ、10-32 ニッケルめっき真ちゅう	2884979200
ポリウレタン透明チューブ	2815892300
1/8 インチクラッチクランプ	2899306000
チューブ、ポリ、1/8 インチ × 1/16 インチ赤	2815861100
チューブ、ポリ、緑	2815860300
フィッティング、10-32 THD、オス型チューブ、真ちゅうニッケル	2884979300
ツール、内部カラム長	393180501
アライメントツールスパナ、Saturn 2000	393060401
キー、六角、6 mm	2990007700
ケーブル、USB 2.0、長さ 3 m	393141103
ホルダトラップサービス	393169901
キット、標準アクセサリ、240 GC/MS または 4000 MS	393110391

表 17 GC スペーサー

部品番号	説明
G3930-60010	GC 加熱インタフェース (GCHI)
G3430-60553	GC 右側パネル
G3430-00186	イオントラップバッフル
9310-4828	リントフリー布（300 枚）
5180-4110	Swagelok フェラル、フロント、1/8 インチ、10 個
5180-4116	Swagelok フェラル、バック、1/8 インチ、10 個
5180-4104	Swagelok ナット、1/8 インチ フィッティング用、10 個
5080-8751	Swagelok ナット / フェラルセット、20 個
8710-1709	チューブカッタ (SS チューブ用)
8710-1710	チューブカッタ 替え刃

標準およびテストサンプル

表 18 標準およびテストサンプル

説明	部品番号
評価用標準サンプル（内部 EI および CI）、2 pg/µL OFN、5 pg/µL	393112601
外部 EI 用テスト標準（5 pg/µL OFN）	393112702
ベンゾフェノン外部 CI 感度サンプル（50 pg/µL）	392030500
外部 NCI 用テスト標準（1 pg/µL DFB）	393113001
（FC-43）キャリブレーション化合物（危険）	392035300
GC/MS カラムテスト混合物（危険）	392027300

Agilent サービス

問題を解決できない場合は、以下の情報を用意して、Agilent カストマサポート担当者までご連絡ください。

- 240 GC/MS のシリアル番号（フロントパネル内側に記載）
- 取り付け済みオプション
- 診断テストの結果

ガスクロマトグラフに問題がある場合は、以下の情報を提供してください。

GC のモデル番号

- オートサンプラを使用している場合はそのモデル番号
- 注入口の種類
- 定温冷却材
- GC カラムに関する情報（メーカー、結合相、膜厚、ID、長さなどのパラメータ）

コンピュータまたはソフトウェアに問題がある場合は、以下の情報を提供してください。

- コンピュータのメーカーとモデル番号
- Windows のバージョン
- マウスドライバのバージョン
- プリンタのメーカーとモデル番号
- ネットワーク構成
- Autoexec.bat ファイルと Config.sys ファイルの出力
- MS ワークステーションソフトウェアのバージョン

また、カストマサポート担当者に問題について説明するときは、以下のガイドラインに従ってください。

- ソフトウェアのどの部分（[System Control]、[Manual]、[Acquisition] など）を使用しているときに問題が起きたかをサービス担当者に伝えてください。

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2011

Printed in USA 05/11
第 1 版、2011 年 5 月

G3931-96001

Agilent Technologies